



SKRIPSI

**PENGARUH Na_2O PADA PEMBENTUKAN ZSM-5
DARI KAOLIN DAN ABU SEKAM PADI
MENGGGUNAKAN METODE HIDROTHERMAL**

INDAR WULAN SAFITRI

NRP. 1411 100 083

Dosen pembimbing

Prof. Dr. Didik Prasetyoko, M.Sc.

JURUSAN KIMIA

FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM

INSTITUT TEKNOLOGI SEPULUH NOPEMBER

SURABAYA

2015



SCRIPT

THE EFFECT OF Na_2O ON FORMATION ZSM-5 FROM KAOLIN AND RICE HUSK ASH BY HYDROTHERMAL METHOD

INDAR WULAN SAFITRI
NRP. 1411 100 083

Advisor Lecturer
Prof. Dr. Didik Prasetyoko, M.Sc.

DEPARTMENT OF CHEMISTRY
FACULTY OF MATHEMATICS AND SCIENCES
INSTITUT TEKNOLOGI SEPULUH NOPEMBER
SURABAYA
2015

**PENGARUH Na_2O PADA PEMBENTUKAN ZSM-5 DARI
KAOLIN DAN ABU SEKAM PADI MENGGUNAKAN
METODE HIDROTHERMAL**

SKRIPSI

Diajukan untuk Memenuhi Salah Satu Syarat Memperoleh Gelar
Sarjana Pada Bidang Studi Kimia, Program Studi S-1
Jurusan Kimia

Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam
Institut Teknologi Sepuluh Nopember Surabaya

Oleh:

INDAR WULAN SAFITRI

NRP. 1411 100 083

**JURUSAN KIMIA
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
INSTITUT TEKNOLOGI SEPULUH NOPEMBER
SURABAYA**

2015

**PENGARUH Na_2O PADA PEMBENTUKAN ZSM-5 DARI
KAOLIN DAN ABU SEKAM PADI MENGGUNAKAN
METODE HIDROTHERMAL**

SKRIPSI

Disusun Oleh:

INDAR WULAN SAFITRI

NRP. 1411 100 083

Surabaya, 28 Januari 2015

Dosen Pembimbing



Prof. Dr. Didik Prasetyoko, M.Sc.

NIP. 197110616199703 1 002

Mengetahui,
Ketua Jurusan Kimia,



Hamzah Fansuri, M.Si, Ph.D.

NIP. 19691017199412 1 001

KATA PENGANTAR

Alhamdulillahirobbil'alamin. Puji syukur kehadiran Allah SWT yang selalu melimpahkan rahmat dan karunia-Nya, sehingga penulis dapat menyelesaikan naskah Skripsi yang berjudul **“Pengaruh Na_2O pada Pembentukan ZSM-5 dari Kaolin dan Abu Sekam Padi Menggunakan Metode Hidrotermal”**. Tulisan ini tidak akan terwujud tanpa bantuan, dukungan, doa, serta dorongan semangat dari semua pihak. Untuk itu penulis sangat berterima kasih kepada:

1. Prof. Dr. Didik Prasetyoko, M.Sc selaku Dosen Pembimbing yang telah memberikan pengarahan dan bimbingan selama proses penyusunan naskah Skripsi ini.
2. Hamzah Fansuri, M.si, Ph.D selaku Ketua Jurusan Kimia atas fasilitas yang telah diberikan hingga naskah Skripsi ini dapat terselesaikan.
3. Lukman Atmaja, Ph.D selaku Kepala Laboratorium Kimia Material dan Energi yang telah membantu secara administrasi dalam penyusunan Skripsi ini.
4. Dra. Ratna Ediati selaku dosen wali yang senantiasa memberikan dukungan dan pengarahan selama perkuliahan.
5. Kedua orang tua dan keluarga yang selalu membantu dan memberi dukungan, doa, serta semangat yang tiada henti.
6. Teman-teman mahasiswa Kimia FMIPA angkatan 2011 yang selalu membantu serta memberikan dukungan dan semua pihak yang telah membantu yang tidak bisa disebutkan satu persatu.

Penulis menyadari bahwa penulisan naskah Skripsi ini tidak lepas dari kekurangan, oleh karena itu penulis mengharapkan kritik dan saran yang membangun untuk perbaikan lebih lanjut. Semoga naskah Skripsi ini dapat memberikan manfaat bagi penulis dan pembaca.

Surabaya, Januari 2015
Penulis

**PENGARUH Na_2O PADA PEMBENTUKAN ZSM-5 DARI
KAOLIN DAN ABU SEKAM PADI MENGGUNAKAN
METODE HIDROTHERMAL**

Nama : Indar Wulan Safitri
NRP : 1411100083
Jurusan : Kimia FMIPA-ITS
Dosen Pembimbing : Prof. Dr. Didik Prasetyoko, M.Sc.

Abstrak

Pengaruh Na_2O dalam sintesis ZSM-5 telah dipelajari dalam penelitian ini. Sintesis ZSM-5 secara langsung dari kaolin Bangka dan abu sekam padi dilakukan dengan variasi rasio molar $\text{Na}_2\text{O}/\text{SiO}_2$ serta variasi waktu kristalisasi (3, 6, 9, 12, dan 24 jam). Dalam penelitian ini, ZSM-5 disintesis dengan komposisi molar $4\text{-}10\text{Na}_2\text{O} : 100\text{SiO}_2 : 2\text{Al}_2\text{O}_3 : 1800\text{H}_2\text{O} : 20\text{TPAOH}$ menggunakan metode hidrotermal pada suhu 175°C . Hasil padatan dianalisis menggunakan teknik difraksi sinar-X (XRD) dan spektroskopi *Fourier Transform Infrared* (FTIR) yang menunjukkan bahwa ZSM-5 pada rasio molar $\text{Na}_2\text{O}/\text{SiO}_2$ 0,04 terbentuk pada waktu kristalisasi 6, 9, 12, dan 24 jam. Pada rasio molar $\text{Na}_2\text{O}/\text{SiO}_2$ 0,07 terbentuk ZSM-5 pada waktu kristalisasi 24 jam. Sementara itu, pada rasio molar $\text{Na}_2\text{O}/\text{SiO}_2$ 0,1 dengan waktu kristalisasi 24 jam ZSM-5 masih berada pada tahap awal pembentukan. Kristalinitas yang paling tinggi didapatkan pada rasio molar $\text{Na}_2\text{O}/\text{SiO}_2$ sebesar 0,04 dengan waktu induksi yang pendek.

Kata Kunci: Sintesis ZSM-5, kaolin, abu sekam padi, rasio $\text{Na}_2\text{O}/\text{SiO}_2$, waktu kristalisasi.

THE EFFECT OF Na_2O ON FORMATION ZSM-5 FROM KAOLIN AND RICE HUSK ASH BY HYDROTHERMAL METHOD

Name : Indar Wulan Safitri
NRP : 1411100083
Major : Kimia FMIPA-ITS
Advisor Lecturer : Prof. Dr. Didik Prasetyoko, M.Sc.

Abstract

The effect of Na_2O in synthesis of ZSM-5 has been studied in this research. Synthesis of ZSM-5 directly from kaolin Bangka and rice husk ash were done with variation of $\text{Na}_2\text{O}/\text{SiO}_2$ molar ratio and crystallization time variation (3, 6, 9, 12, and 24 hours). In this research, ZSM-5 synthesized with molar composition $4\text{-}10\text{Na}_2\text{O} : 100\text{SiO}_2 : 2\text{Al}_2\text{O}_3 : 1800\text{H}_2\text{O} : 20\text{TPAOH}$ using hydrothermal method at 175°C . The solid result was analyzed using X-ray diffraction (XRD) and Fourier Transform Infrared spectroscopy (FTIR) showed that ZSM-5 on $\text{Na}_2\text{O}/\text{SiO}_2$ 0.04 molar ratio formed at the time 6, 9, 12, and 24 hours of crystallization. On $\text{Na}_2\text{O}/\text{SiO}_2$ 0.07 molar ratio formed ZSM-5 at the time 24 hours of crystallization. Meanwhile on $\text{Na}_2\text{O}/\text{SiO}_2$ 0.1 molar ratio at the time 24 hours of crystallization, ZSM-5 still in the early stages of formation. The highest crystallinity was obtained on $\text{Na}_2\text{O}/\text{SiO}_2$ 0.04 molar ratio with a short induction time.

Kata Kunci: ZSM-5 synthesis, kaolin, rice husk ash, ratio of $\text{Na}_2\text{O}/\text{SiO}_2$, time of crystallization.

DAFTAR ISI

HALAMAN JUDUL	i
LEMBAR PENGESAHAN	iv
ABSTRAK	v
KATA PENGANTAR	vii
DAFTAR ISI	viii
DAFTAR GAMBAR	x
DAFTAR TABEL	xii
DAFTAR LAMPIRAN	xiii
 BAB I PENDAHULUAN	 1
1.1 Latar Belakang	1
1.2 Rumusan Masalah	5
1.3 Batasan Penelitian	5
1.4 Tujuan Penelitian.....	5
1.5 Manfaat Penelitian.....	5
 BAB II TINJAUAN PUSTAKA	 7
2.1 Kaolin	7
2.2 Tinjauan Umum Tentang Zeolit.....	9
2.2.1 Zeolit	9
2.2.2 Sintesis Zeolit	11
2.2.3 ZSM-5	12
2.2.4 Sintesis ZSM-5	14
2.2.5 Pengaruh Variasi Waktu Kristalisasi.....	15
2.2.6 Pengaruh Variasi Komposisi Na ₂ O	16
2.3 Metode Sintesis Hidrotermal.....	18
2.4 Karakterisasi ZSM-5	19
2.4.1 Difraksi Sinar-X (XRD)	19
2.4.2 <i>Fourier Transform Infrared</i> (FTIR)	21
 BAB III METODOLOGI PENELITIAN	 25
3.1 Alat dan Bahan	25
3.1.1 Alat dan Instrumen	25

3.1.2	Bahan.....	25
3.2	Prosedur Kerja.....	25
3.2.1	Sintesis ZSM-5	25
3.3	Karakterisasi.....	26
3.3.1	Difraksi Sinar-X	26
3.3.2	Spektroskopi (FTIR).....	27
BAB IV	HASIL DAN PEMBAHASAN	29
4.1	Sintesis ZSM-5	29
4.2	Karakterisasi ZSM-5	31
4.2.1	Drifraksi Sinar-X	31
4.2.2	Spektroskopi (FTIR).....	44
BAB V	KESIMPULAN.....	51
5.1	Kesimpulan.....	51
5.2	Saran.....	51
DAFTAR PUSTAKA		53
LAMPIRAN.....		61

DAFTAR TABEL

Tabel 2.1	Pengaruh waktu kristalisasi terhadap fasa produk. ...	16
Tabel 4.1	Intensitas sampel hasil sintesis dengan rasio molar $\text{Na}_2\text{O}/\text{SiO}_2$ sebesar 0,04 dengan variasi waktu kristalisasi.	39
Tabel 4.2	Intensitas sampel hasil sintesis dengan rasio molar $\text{Na}_2\text{O}/\text{SiO}_2$ sebesar 0,07 dengan variasi waktu kristalisasi.	40
Tabel 4.3	Intensitas sampel hasil sintesis dengan rasio molar $\text{Na}_2\text{O}/\text{SiO}_2$ sebesar 0,1 dengan variasi waktu kristalisasi.	40
Tabel 4.4	Fasa kristalin pada komposisi rasio molar $\text{Na}_2\text{O}/\text{SiO}_2$ dan waktu kristalisasi yang berbeda.	42
Tabel 4.5	Bilangan gelombang (cm^{-1}) spektra inframerah sampel hasil sintesis dengan rasio $\text{Na}_2\text{O}/\text{SiO}_2$ 0,04; 0,07; dan 0,1.	49

DAFTAR GAMBAR

Gambar 2.1	Struktur kaolinit.....	8
Gambar 2.2	Tetrahedral (TO ₄) pada struktur zeolite.....	10
Gambar 2.3	Struktur dari empat jenis zeolite (dari atas ke bawah: faujasite atau zeolite X dan Y, ZSM-12, ZSM-5 atau silicalite-1, zeolit theta-1 atau ZSM-22 beserta sistem dan dimensi mikropori.....	11
Gambar 2.4	Struktur ZSM-5	13
Gambar 2.5	Kerangka dasar struktur ZSM-5 (a) pentasil tersambung, (b) <i>back bone</i> , (c) ZSM-5 satu lapis.	13
Gambar 2.6	Kristalinitas relatif dari sampel yang terbentuk pada waktu reaksi yang berbeda.....	15
Gambar 2.7	Pola XRD dari (a) ZSM-5 standar dari perusahaan <i>Mobil</i> (rasio Si/Al=38), dan ZSM-5 dengan komposisi Na ₂ O/SiO ₂ yang berbeda-beda (b) 0,200; (c) 0,250; (d) 0,275; (e) 0,300..	17
Gambar 2.8	Difraksi sinar-X.....	20
Gambar 2.9	Pola XRD ZSM-5.....	20
Gambar 2.10	Skema alat spektrometer FTIR.....	21
Gambar 2.11	Spektrum FTIR ZSM-5	23
Gambar 4.1	Pola XRD abu sekam padi	32
Gambar 4.2	Pola XRD sampel (a) kaolin Bangka, (b) ZSM-5, (c) Kristobalit, (d) Analsim (Treacy dan Higgins, 2001), dan sampel hasil sintesis dengan rasio molar Na ₂ O/SiO ₂ 0,04 dengan waktu kristalisasi (e) 3 jam, (f) 6 jam, (g) 9 jam, (h) 12 jam, (i) 24 jam.	36
Gambar 4.3	Pola XRD sampel (a) ZSM-5, (b) Kristobalit, (c) Analsim, dan sampel hasil sintesis dengan rasio molar Na ₂ O/SiO ₂ 0,07 dengan waktu kristalisasi (d) 3 jam, (e) 6 jam, (f) 9 jam, (g) 12 jam, (h) 24 jam.	37

Gambar 4.4	Pola XRD sampel (a) ZSM-5, (b) Kristobalit, (c) Analsim, dan sampel hasil sintesis dengan rasio molar $\text{Na}_2\text{O}/\text{SiO}_2$ 0,1 dengan waktu kristalisasi (d) 3 jam, (e) 6 jam, (f) 9 jam, (g) 12 jam, (h) 24 jam.	38
Gambar 4.5	Grafik pembentukan ZSM-5	43
Gambar 4.6	Spektra inframerah sampel (a) kaolin Bangka, hasil sintesis dengan rasio molar $\text{Na}_2\text{O}/\text{SiO}_2$ 0,04 dengan waktu kristalisasi (b) 3 jam, (c) 6 jam, (d) 9 jam, (e) 12 jam, (f) 24 jam.	46
Gambar 4.7	Spektra inframerah sampel hasil sintesis dengan rasio molar $\text{Na}_2\text{O}/\text{SiO}_2$ 0,07 dengan waktu kristalisasi (a) 3 jam, (b) 6 jam, (c) 9 jam, (d) 12 jam, dan (e) 24 jam.	47
Gambar 4.8	Spektra inframerah sampel hasil sintesis dengan rasio molar $\text{Na}_2\text{O}/\text{SiO}_2$ 0,1 dengan waktu kristalisasi (a) 3 jam, (b) 6 jam, (c) 9 jam, (d) 12 jam, dan (e) 24 jam.	48

DAFTAR LAMPIRAN

Lampiran 1	Skema Kerja Sintesis ZSM-5	61
Lampiran 2	Perhitungan Komposisi Molar Larutan Sintesis ZSM-5	64
Lampiran 3	Data Karakterisasi	66

BAB I PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Zeolit terbentuk di alam dan telah dikenal sejak 250 tahun yang lalu sebagai aluminosilikat (Weitkamp, 2000). Zeolit merupakan kristalin aluminosilikat mikropori dengan struktur rangkap tiga dimensi terbuka. Struktur zeolit dibangun oleh tetrahedral SiO_4 dan AlO_4 yang dihubungkan oleh atom oksigen, sehingga menghasilkan jaringan berongga (Ajayi dkk, 2010; Loiola dkk., 2010). Jaringan berongga di dalam struktur zeolit tersebut akan diisi oleh ion-ion logam. Ion logam yang digunakan biasanya adalah logam-logam alkali atau alkali tanah dan molekul air yang dapat bergerak bebas (Cheetam, 1992). Molekul air yang terdapat di dalam jaringan berpori dapat dilepas dan dikeluarkan dari pori-pori zeolit dengan pemanasan pada temperatur 100°C (Sutarti dkk., 1994). Zeolit memiliki kemampuan untuk bertindak sebagai katalis dalam reaksi kimia (Mostafa dkk., 2013).

Salah satu jenis zeolit yang banyak diaplikasikan dalam industri sebagai katalis adalah ZSM-5 karena memiliki stabilitas termal, keasaman, dan selektivitas dalam konversi katalitik yang sangat tinggi (Mintova dkk., 1992; Shirazi dkk., 2008). ZSM-5 merupakan tipe dari kristalin mikropori berbahan aluminosilikat (Tuan dkk., 2010). ZSM-5 yang dikembangkan oleh *Mobil* sejak tahun 1972 tersusun atas unit sel yang terdiri dari 10 cincin tetrahedral yang membentuk struktur pori tiga dimensi. Ukuran pori ZSM-5 yaitu sedang sekitar 5,1-5,6 Å (Kim dan Chung, 2003; Shirazi dkk., 2008).

ZSM-5 biasanya disintesis dari silika dan alumina yang berasal dari bahan baku komersial. Panpa dan Jinawath (2009) telah mensintesis ZSM-5 dari natrium aluminat sebagai sumber alumina. Natrium silikat dan aluminium sulfat juga digunakan oleh Kulkarni dkk. (1982) dalam sintesis ZSM-5 yang masing-masing berfungsi sebagai sumber silika dan alumina. Keuntungan penggunaan bahan baku komersial adalah kemurnian bahan

tinggi, sehingga baik digunakan untuk sintesis tetapi kurang ekonomis. Inovasi yang telah dilakukan untuk mengurangi biaya produksi adalah dengan menggunakan sumber silika dan alumina yang berasal dari bahan alam. Keuntungan penggunaan bahan baku alam adalah lebih ekonomis, ramah terhadap lingkungan, dan berada dalam jumlah yang melimpah. Bahan baku alam yang telah banyak digunakan untuk sintesis ZSM-5 diantaranya adalah perlit (Wang dkk., 2007b), serpentin (Kim dan Chung, 2003), *mudstone* (Tuan dkk., 2010), dan kaolin (Pan dkk., 2014a).

Kaolin adalah mineral aluminosilikat terhidrat dengan komposisi $2\text{H}_2\text{O} \cdot \text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 2\text{SiO}_2$ (Prasad dkk., 1991). Ketika dikalsinasi pada suhu 600°C , kaolin akan kehilangan air kristal dan mengalami perubahan menjadi metakaolin amorf yang memiliki struktur berpori. Pada suhu kalsinasi lebih dari 900°C fasa *glassy* mulai terbentuk, dan pada suhu lebih dari 1400°C fasa *glassy* akhir dari kaolin juga akan terbentuk. Produk fasa *glassy* akhir dari kaolin yaitu kuarsa, kristobalit (SiO_2), dan mulit ($\text{Al}_6\text{Si}_2\text{O}_{23}$) (Vasely dkk., 2012). Pada umumnya, fasa kaolin yang digunakan untuk sintesis zeolit fasa murni adalah metakaolin (Chandrasekhar dan Premada, 1999), akan tetapi kaolin juga dapat digunakan secara langsung tanpa proses kalsinasi dalam sintesis ZSM-5. Penggunaan kaolin secara langsung untuk sintesis ZSM-5 telah dilakukan oleh Rustam (2013).

ZSM-5 adalah zeolit dengan kadar silika yang tinggi (Shirazi dkk., 2008). Kandungan silika dalam ZSM-5 dipenuhi dengan menambahkan sumber silika tambahan baik dari bahan baku komersial maupun bahan baku alam. Sumber silika tambahan dari bahan baku komersial yang telah digunakan adalah natrium silikat (Wang dkk., 2007b) dan LUDOX (Rustam, 2013). Sementara itu, bahan baku dari alam yang dapat digunakan untuk sumber silika tambahan adalah abu layang (Chareonpanich dkk., 2004) dan abu sekam padi (Kordatos dkk., 2008). Abu sekam padi mengandung kristal tridimit dan α -kristobalit yang membuatnya dapat digunakan sebagai sumber silika tambahan untuk sintesis ZSM-5 (Saceda dkk., 2011). Kelebihan abu sekam

padi sebagai sumber silika tambahan adalah memiliki kandungan silika yang tinggi, mudah didapatkan, dan dapat mengurangi biaya produksi karena lebih ekonomis dibandingkan sumber silika komersial.

Pada umumnya, zeolit disintesis dalam kondisi alkalin. Kontrol alkalinitas sangat signifikan untuk membentuk kerangka zeolit. Rasio $\text{Na}_2\text{O}/\text{SiO}_2$ menunjukkan alkalinitas dari sistem sintesis (Duan dkk., 2011). Alkalinitas yang tinggi dapat meningkatkan kelarutan sumber Si dan Al, sehingga peningkatan alkalinitas akan memperpendek induksi dan nukleasi, serta dapat mempercepat kristalisasi (Cejka dkk., 2007). Alkalinitas memiliki peran penting dalam pertumbuhan kristal. Tingkat kristalinitas dari ZSM-5 juga dipengaruhi oleh rasio molar $\text{Na}_2\text{O}/\text{SiO}_2$ (Kim dan Chung, 2003). Ali dkk. (2011) telah melakukan penelitian sintesis ZSM-5 dengan variasi rasio molar 0,2-0,3 $\text{Na}_2\text{O}/\text{SiO}_2$ dari aluminium sulfat menggunakan *template* tetrapropilamonium bromida (TPABr), dimana sumber Na_2O yang digunakan adalah NaOH. Hasil yang didapatkan menunjukkan bahwa kristalinitas meningkat dengan bertambahnya rasio molar $\text{Na}_2\text{O}/\text{SiO}_2$ dan pada kisaran 0,27 $\text{Na}_2\text{O}/\text{SiO}_2$ sampel hasil sintesis memiliki kristalinitas paling tinggi. Kristalinitas akan berkurang dengan bertambahnya rasio molar $\text{Na}_2\text{O}/\text{SiO}_2$ lebih besar dari 0,3.

Penelitian yang serupa juga dilakukan oleh Wang dkk. (2007b) yang mensintesis ZSM-5 dengan variasi $\text{Na}_2\text{O}/\text{SiO}_2$ pada kisaran rasio molar 0,24-0,40 menggunakan *seed* Na-ZSM-5. Sumber Na_2O yang digunakan juga berasal dari NaOH dan pH campuran adalah 10,5. Hasil yang dilaporkan yaitu kristalinitas meningkat hingga rasio molar $\text{Na}_2\text{O}/\text{SiO}_2$ sebesar 0,26 dan menurun dengan bertambahnya rasio molar $\text{Na}_2\text{O}/\text{SiO}_2$. Peningkatan kadar Na_2O berpengaruh pada pembentukan ZSM-5 dalam fasa murni dan menunjukkan bahwa kation dari Na_2O berperan sebagai agen untuk menyeimbangkan muatan negatif aluminium dalam kerangka ZSM-5 (Ali dkk., 2011).

Molekul organik merupakan material yang penting dalam preparasi dan proses sintesis zeolit karena digunakan untuk

mengarahkan kristalisasi menuju struktur zeolit tertentu. Molekul organik tersebut kemudian disebut sebagai *template* (Houssin, 2003). Senyawa tetrapropilamonium sering digunakan dalam pembentukan struktur kristal dari ZSM-5 yang disesuaikan dengan prosedur *Mobil Oil Co* (Mravec dkk., 1987). *Template* yang sering digunakan dalam sintesis ZSM-5 yaitu tetrapropilamonium bromida (TPABr), tetrapropilamonium hidroksida (TPAOH), tripropilamin, dipropilamin (Shirazi dkk., 2008).

TPABr dan TPAOH dikenal luas sebagai *template* yang baik untuk sintesis ZSM-5 dengan kristalinitas yang tinggi (Ghamami dan Sand, 1983). Hal ini disebabkan karena kation TPA^+ merupakan *template* yang paling efektif untuk membentuk struktur ZSM-5 (Cheng dkk., 2005). Rustam (2013) mendapatkan kristalinitas dari ZSM-5 yang paling tinggi adalah 97,57% dengan menggunakan *template* organik TPAOH, sedangkan dengan menggunakan *template* organik TPABr, ZSM-5 murni akan didapatkan dengan kristalinitas sebesar 96,47%. Karimi dkk. (2012) juga memperoleh kristalinitas yang paling tinggi yaitu 100% dengan TPAOH sebagai *template*. Oleh karena itu, TPAOH adalah *template* yang cocok digunakan untuk sintesis ZSM-5 dibandingkan dengan TPABr karena memiliki alkalinitas yang tinggi.

Berdasarkan uraian diatas, pada penelitian ini ZSM-5 disintesis dari kaolin tanpa proses kalsinasi menggunakan metode hidrotermal dengan *template* organik tetrapropilamonium hidroksida (TPAOH). Pada penelitian sebelumnya kaolin tanpa proses kalsinasi telah digunakan untuk sintesis ZSM-5 dengan menggunakan LUDOX sebagai sumber silika tambahan, akan tetapi pada penelitian ini sumber silika tambahan yang digunakan untuk sintesis ZSM-5 adalah abu sekam padi. Sintesis ZSM-5 pada penelitian ini juga dilakukan dengan variasi komposisi Na_2O dan waktu kristalisasi. Produk hasil sintesis kemudian dikarakterisasi dengan menggunakan Difraksi sinar-X (XRD) dan *Fourier Transform Infrared* (FTIR).

1.2 Rumusan Masalah

Berdasarkan penelitian yang dilaporkan oleh Rustam (2013) dan Pan dkk. (2014a) telah diketahui bahwa kaolin dapat digunakan sebagai sumber silika dan alumina pada sintesis ZSM-5. Abu sekam padi juga dapat digunakan sebagai sumber silika tambahan. Hal ini sesuai dengan yang dilaporkan oleh Laksono dan Prasetyoko (2007) bahwa sekam padi yang telah dibakar pada suhu 600°C menghasilkan abu sekam padi yang dapat digunakan sebagai sumber silika tambahan untuk mensintesis ZSM-5. Rasio molar $\text{Na}_2\text{O}/\text{SiO}_2$ dapat mempengaruhi tingkat kristalinitas dan waktu induksi dari pembentukan ZSM-5. Oleh karena itu, perumusan masalah dalam penelitian ini adalah bagaimana pengaruh Na_2O pada pembentukan ZSM-5 dari kaolin dan abu sekam padi menggunakan *template* organik TPAOH.

1.3 Batasan Penelitian

Batasan dalam penelitian ini yaitu :

1. Sintesis ZSM-5 langsung dari kaolin tanpa melalui tahap kalsinasi menggunakan metode hidrotermal.
2. Sintesis ZSM-5 dilakukan dengan menggunakan *template* organik TPAOH.
3. Variasi komposisi Na_2O (4, 7, dan 10 mol) dan variasi waktu kristalisasi (3, 6, 9, 12, dan 24 jam).
4. Karakterisasi ZSM-5 dilakukan menggunakan Difraksi sinar-X (XRD), dan Spektroskopi *Fourier Transform Infrared* (FTIR).

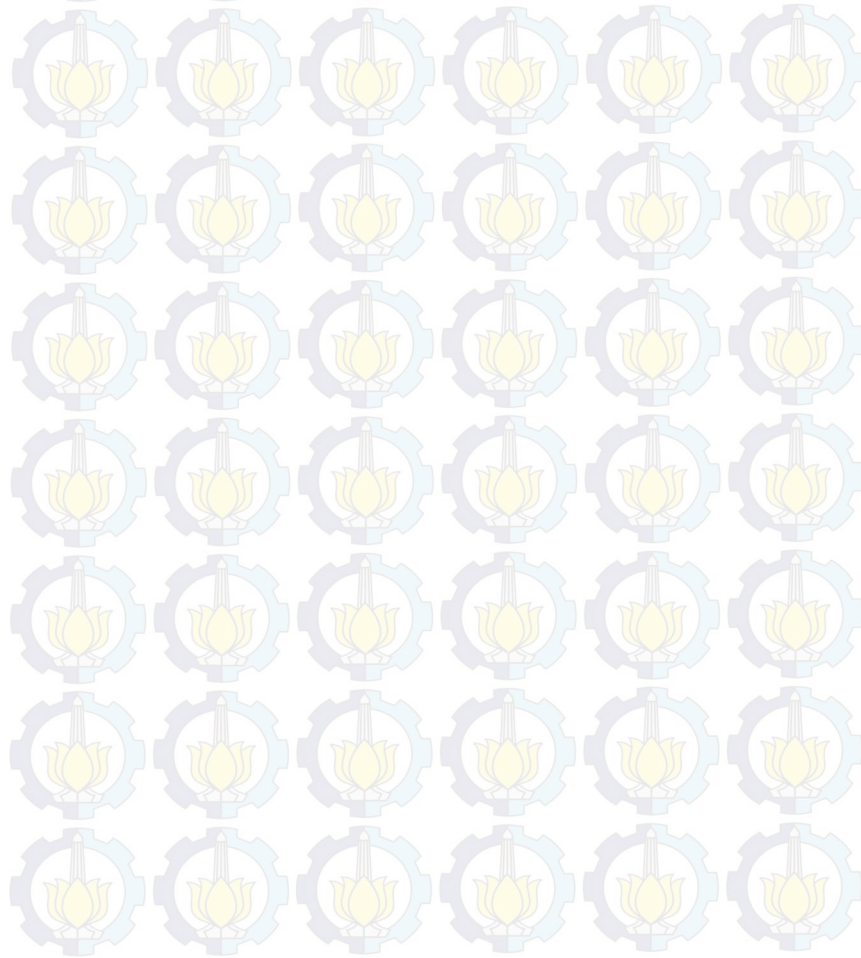
1.4 Tujuan Penelitian

Penelitian ini bertujuan untuk mengetahui pengaruh Na_2O pada pembentukan ZSM-5 dari kaolin dan abu sekam padi menggunakan *template* organik TPAOH.

1.5 Manfaat Penelitian

Sintesis ZSM-5 dari kaolin Bangka tanpa melalui proses kalsinasi ini dapat memberikan manfaat dalam pembuatan katalis.

Sintesis dengan menggunakan *template* organik TPAOH dapat mengarahkan pembentukan struktur kristal ZSM-5 yang sesuai. Variasi komposisi Na_2O dan waktu kristalisasi diharapkan dapat mengetahui tingkat kristalinitas dan waktu induksi pembentukan ZSM-5.



BAB II

TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Kaolin

Nama kaolin berasal dari Cina “*Kauling*” yang berarti bukit tinggi, nama bukit di Jauchau Fu, China (Prasad dkk., 1991). Sifat dari kaolin adalah lembut dan ringan dengan kandungan kaolinit, kuarsa, dan mika. Kaolin juga mengandung feldspar, illit, montmorilonit, ilmenit, anastase, hematit, bauksit, zircon, rutil, kyanite, silliminat, grafit, atapulgit, dan haloisit dalam kadar yang rendah. Proses pembentukan kaolin disebut kaolinisasi. Kaolinit adalah kandungan utama dari kaolin yang merupakan aluminium silikat hidro. Titik leleh dari kaolinit adalah 1750°C (Varga, 2007).

Secara struktural, kaolinit terdiri dari 2 lapisan yaitu lapisan alumina oktahedral dan lapisan silika tetrahedral yang disusun secara bergantian dan memiliki rumus teoritis $(OH)_8Si_4Al_4O_{10}$ dan komposisi teoritis 46,54% SiO_2 , 39,5% Al_2O_3 , 13,96% H_2O (Prasad dkk., 1991). Unit dasar lapisan tetrahedral adalah silika tetrahedral (SiO_4) dan lapisan oktahedral tersusun atas unit dasar aluminium oktahedral dan ion hidroksida. Ketebalan unit dari 2 lapisan tersebut adalah sebesar 7,13Å dengan perbandingan lapisan tetrahedral dan oktahedral 1:1 (Murray, 2007). Struktur kaolinit ditunjukkan pada Gambar 2.1.

Kaolinit terbentuk melalui proses dekomposisi *feldspar*, granit, dan silikat aluminium. Kaolinit memiliki bentuk seperti lempengan-lempengan tipis dengan diameter 0,2-12 µm. Kaolinit dapat mengalami perubahan struktur dikarenakan adanya pemanasan pada tekanan atmosfer normal. Kaolin akan mengalami perubahan struktur menjadi metakaolin pada suhu 550–600°C dengan melepaskan molekul air. Pada suhu 925–950°C struktur metakaolin yang telah terbentuk akan berubah menjadi spinel ($Si_3Al_4O_{12}$) dan pada suhu diatas 1050°C spinel akan bertransformasi menjadi mulit dan kristobalit (Kakali dkk.,

(Johnson dan Arshad, 2014)

Gambar 2.1 Struktur kaolinit.

(Cheng dkk.,2012)

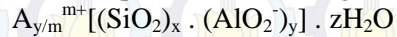
Potensial cadangan kaolin di Indonesia cukup besar, yaitu terdapat di Kalimantan Barat, Kalimantan Selatan, Pulau Bangka, dan Pulau Belitung (Lidyawati, 2012). Kaolin yang berasal dari Bangka Belitung merupakan kaolin hasil perubahan porfiritik granit. Kaolin Bangka Belitung memiliki kadar Ti dan Fe yang

sangat rendah sehingga memiliki kemurnian yang tinggi (Murray, 2007).

2.2 Tinjauan Umum Tentang Zeolit

2.2.1 Zeolit

Zeolit merupakan senyawa anorganik mikropori dan material mikrokristalin yang terbentuk dari unit-unit tetrahedral (Suib, 1993). Zeolit berbentuk kristal aluminosilikat terhidrat yang mengandung muatan positif dari ion-ion alkali dan alkali tanah dalam kerangka kristal tiga dimensi (Smith, 1984). Adapun komposisi kimia dari zeolit dapat dituliskan sebagai berikut :

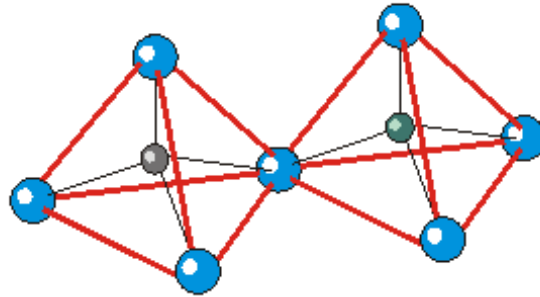


dimana A adalah kation dengan muatan m, (x+y) adalah jumlah tetrahedral per unit sel, dan x/y adalah rasio silika:aluminium (Loiola, dkk., 2010).

Berdasarkan proses pembentukannya, zeolit dapat digolongkan menjadi 2 kelompok, yaitu zeolit alam dan zeolit sintesis. Zeolit alam merupakan mineral yang terbentuk karena adanya proses perubahan alam (zeolitisasi). Pembentukannya tergantung pada komposisi dari batuan induk, temperatur, tekanan, tekanan parsial dari air, pH, dan aktivitas dari ion-ion tertentu. Sedangkan zeolit sintesis adalah zeolit hasil rekayasa manusia melalui proses kimia yang dibuat secara laboratorium ataupun dalam skala industri dan memiliki sifat khusus sesuai dengan keperluannya dan sering digunakan secara komersial oleh banyak industri jika dibandingkan dengan zeolit alam. Hal ini disebabkan karena kemurnian dari produk kristal zeolit dan ukuran partikel dari zeolit sintesis yang terbentuk lebih baik. Pembentukan zeolit sintesis dipengaruhi oleh beberapa faktor, yaitu komposisi dari bahan, *pre-treatment* yang dilakukan, temperatur yang digunakan pada proses sintesis, waktu reaksi, atau pH pada saat reaksi (Saputra, 2006).

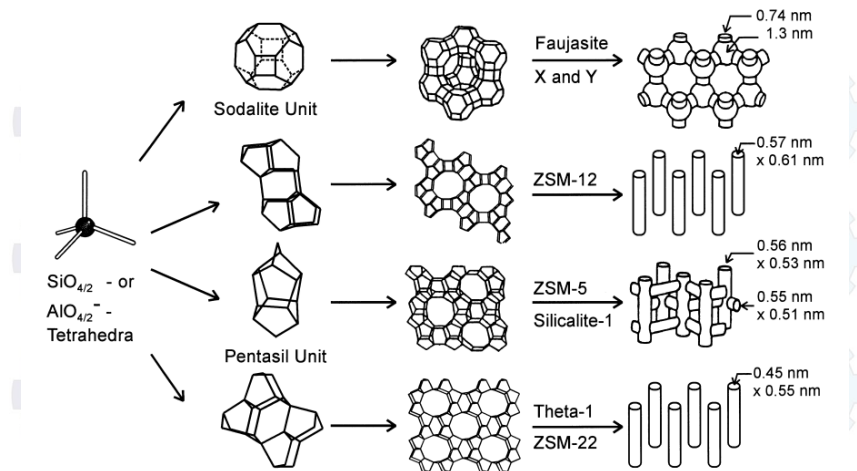
Pada umumnya, struktur zeolit berbentuk tetrahedral TO_4 (T=Si, Al, Ti, P, Fe, As, Ga, B, Be) dengan setiap pusat atom (T) berikatan dengan empat atom oksigen (O). Unit bangun primer

zeolit adalah tetrahedral dan unit bangun sekundernya adalah susunan geometri tetrahedral (Breck, 1974).



Gambar 2.2 Tetrahedral (TO₄) pada struktur zeolite

Beberapa spesimen zeolit berwarna putih, kebiruan, kemerahan, coklat, dan lain-lain karena hadirnya oksida besi atau logam lainnya. Densitas zeolit adalah sekitar 2,0-2,3 g/cm³ dengan bentuk halus dan lunak (Flanigen, 1981). Gambar 2.3 adalah Gambar struktur dari 4 jenis zeolite. Zeolit mempunyai kerangka terbuka, sehingga memungkinkan untuk terjadinya proses adsorpsi oleh molekul-molekul yang berukuran 0,3-20 Å (Georgiev, dkk., 2009). Morfologi dan struktur kristal yang terdiri dari rongga-rongga yang berhubungan ke segala arah menyebabkan permukaan zeolit menjadi luas. Morfologi ini terbentuk dari pembangunan unit dasar primer yang membentuk pembangunan unit dasar sekunder dan begitu seterusnya (Saputra, 2006).



Gambar 2.3 Struktur dari empat jenis zeolite (dari atas ke bawah: faujasite atau zeolite X dan Y, ZSM-12, ZSM-5 atau silicalite-1, zeolit theta-1 atau ZSM-22 beserta sistem dan dimensi mikropori.

(Weitkamp, 2000)

2.2.2 Sintesis Zeolit

Saint Claire de Ville pada tahun 1862 telah melakukan usaha awal untuk mensintesis zeolit. Akan tetapi, keberhasilan sintesisnya masih sulit untuk dibuktikan kebenarannya karena tidak adanya metode yang dapat dipercaya (Christophe, 2003). Pada tahun 1948 Barrer telah berhasil mensintesis zeolit mordenite. Pada waktu yang sama, Milton dan Beck juga telah berhasil mensintesis zeolit jenis lain menggunakan suhu rendah (100°C) dan alkalinitas yang lebih tinggi (Barrer, 1982).

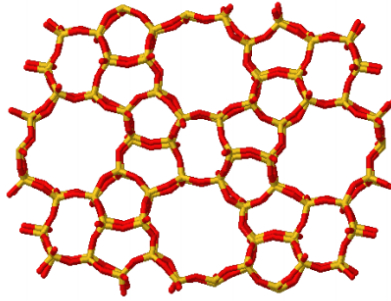
Zeolite dapat disintesis dari larutan silika dan alumina yang mengandung alkali hidroksida atau basa-basa organik untuk mencapai pH yang tinggi. Produk zeolit dengan struktur tertentu akan terbentuk pada suhu antara $100\text{-}350^{\circ}\text{C}$ (Molina dan Poole, 2004). Dalam sintesis zeolit digunakan air sebagai pelarut,

sehingga prosesnya dinamakan proses hidrotermal. Larutan aluminat dan larutan silikat dicampur bersama-sama dalam medium alkali membentuk gel seperti susu atau beberapa contoh membentuk larutan jernih. Pada suhu yang tinggi, kapasitas air murni sebagai pelarut seringkali tidak mampu untuk melarutkan zat dalam proses kristalisasi, oleh karena itu dibutuhkan tambahan *mineralizer* untuk mempercepat proses pelarutan dengan cara meningkatkan kemampuan melarutnya. *Mineralizer* yang khas adalah suatu hidroksida dari ion logam alkali, khususnya amfoter dan oksida asam. *Mineralizer* yang digunakan untuk SiO_2 adalah NaOH , KOH , Na_2CO_3 , atau NaF . Proses hidrotermal biasanya berlangsung pada rentang suhu 60°C hingga 200°C dan kristal terbentuk melalui tahap pembentukan inti (Christophe, 2003).

2.2.3 ZSM-5

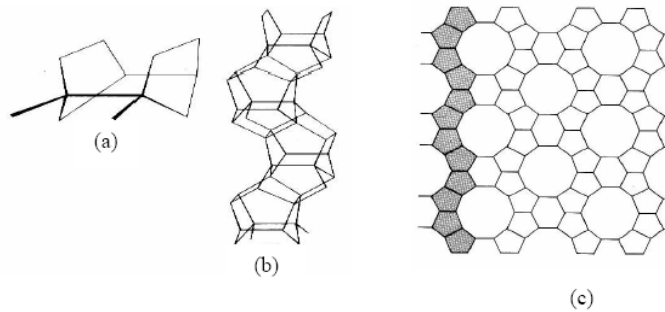
ZSM-5 merupakan jenis zeolit sintetis yang berstruktur mikro dan memiliki termal, stabilitas hidrotermal, serta keasaman intrinsik yang tinggi (Silva dkk, 2013). ZSM-5 tersusun atas 10 cincin berongga yang memiliki dimensi pori sebesar 0,50-0,56 nm seperti yang ditunjukkan pada Gambar 2.4 (Ali dkk., 2011). Formulasi umum dari ZSM-5 adalah $\text{Na}_n[\text{Al}_n\text{Si}_{96-n}\text{O}_{192}]\cdot 16\text{H}_2\text{O}$, dimana n memiliki nilai antara 3-27. Zeolit ZSM tersebut diberi akhiran 5 karena memiliki diameter pori sekitar 5\AA dengan perbandingan Si/Al selalu diatas 5 (Douglas dkk., 1994).

ZSM-5 adalah salah satu jenis struktur zeolit yang paling banyak dipelajari dengan dua jenis saluran, yaitu saluran lurus sepanjang sumbu-b dengan pori 0,54 nm x 0,56 nm dan saluran sinusoidal sepanjang sumbu-a dengan pori 0,51 nm x 0,55 nm. ZSM-5 yang memiliki pori mikropori yang unik dapat digunakan sebagai sorben dan katalis dan merupakan bahan yang baik untuk sintesis membran (Karimi dkk., 2012).



Gambar 2.4 Struktur ZSM-5

Struktur pori yang unik membuat ZSM-5 memiliki selektivitas yang sangat baik. ZSM-5 dapat digunakan sebagai bahan untuk mengkatalisis reaksi organik karena kemampuannya dalam mengembangkan keasaman (Ali dkk., 2011). Struktur primer ZSM-5 sama dengan struktur primer zeolit yang lain, yaitu tetrahedral $[\text{SiO}_4]_4^-$ dan $[\text{AlO}_4]_5^-$ yang saling sambung membentuk unit bangun cincin 5-1 pentasil (Gambar 2.5(a)). Cincin pentasil tersebut selanjutnya akan membentuk “*back bone*” pentasil (Gambar 2.5(b)) dan akan tersambung dengan kerangka heksasil membentuk struktur kerangka ZSM-5 satu dimensi seperti yang ditunjukkan dalam Gambar 2.5c (Gates, 1992).



Gambar 2.5 Kerangka dasar struktur ZSM-5 (a) pentasil tersambung, (b) *back bone*, (c) ZSM-5 satu lapis.
(Gates, 1992)

2.2.4 Sintesis ZSM-5

ZSM-5 biasanya diproduksi melalui sintesis hidrotermal dari cairan alkali silikat dan aluminat menggunakan kation organik sebagai *template* (Kim dan Chung, 2003). ZSM-5 dapat disintesis dari kaolin (Prasad dkk., 1991), dimana kaolin merupakan jenis mineral yang mengandung kaolinit [$\text{Al}_2\text{Si}_2\text{O}_5(\text{OH})_4$] dengan dua jenis permukaan lapisan. Mineral kaolinit memiliki rasio Si/Al lebih dari 1. Oleh karena itu, zeolit dengan kadar Si/Al yang rendah (zeolit A dan zeolit X) mudah untuk disintesis menggunakan kaolin. Sementara itu, untuk sintesis zeolit dengan kadar Si/Al yang tinggi (ZSM-5, zeolit Y, dan zeolit mordenit) menggunakan kaolin dilakukan dengan cara menambahkan sumber silika tambahan (Pan dkk., 2014b).

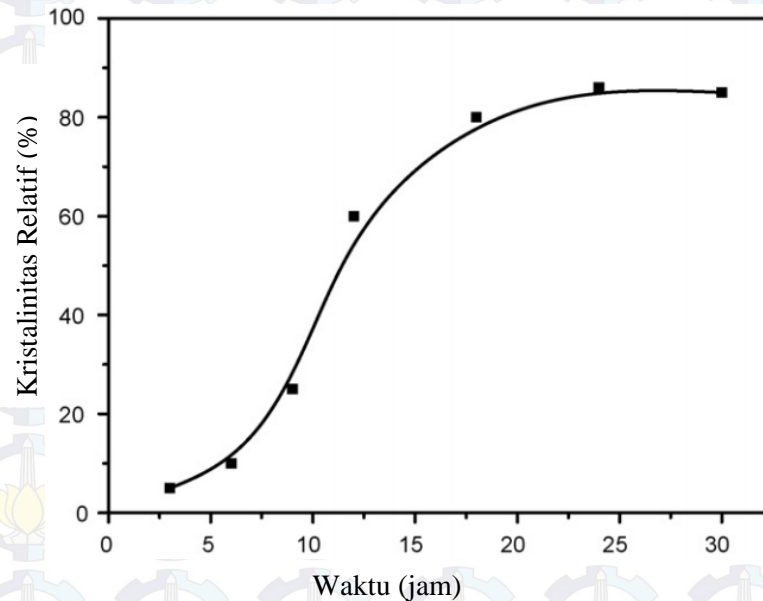
ZSM-5 disintesis pertama kali oleh Argauer dan Landolt dari *Mobil Oil Corporation* pada tahun 1972 menggunakan kation Na-TPA. Kisaran suhu yang digunakan antara 125-175°C dan bahan-bahan yang digunakan yaitu silika, larutan tetrapropilamonium hidroksida, natrium aluminat, dan air (Shirazi dkk., 2008; Erdem dan Sand, 1979).

Chareonpanich dkk., (2004) dalam penelitiannya melakukan sintesis ZSM-5 dari abu layang dan abu sekam padi sebagai sumber silika tambahan. Abu layang dapat digunakan untuk sintesis ZSM-5 secara langsung maupun tidak langsung. Untuk sintesis langsung dari abu layang, abu layang dihidrotermal dengan menggunakan larutan alkali. Sementara itu, untuk sintesis dari abu layang secara tidak langsung dapat dilakukan dengan mengekstrak silika dan alumina dari abu layang dengan menggunakan larutan alkali panas. Wang dkk., (2007a) juga telah berhasil mensintesis zeolit jenis ZSM-5 yaitu ZSM-5 (P) dan ZSM-5 (K) yang masing-masing disintesis dari perlite dan kaolin yang hanya digunakan sebagai sumber alumina pada suhu 180°C dengan waktu reaksi 14 jam untuk ZSM-5 (P) dengan perbandingan komposisi molar $7\text{Na}_2\text{O}:\text{Al}_2\text{O}_3:31\text{SiO}_2:132\text{H}_2\text{O}$ dan 24 jam untuk ZSM-5 (K) dengan perbandingan komposisi molar $1.3\text{Na}_2\text{O}:\text{Al}_2\text{O}_3:5\text{SiO}_2:132\text{H}_2\text{O}$.

2.2.5 Pengaruh Variasi Waktu Kristalisasi

Waktu kristalisasi adalah salah satu faktor yang signifikan dari pertumbuhan kristal pada zeolit. Kristalinitas meningkat dengan meningkatnya waktu kristalisasi yang dapat berasal dari peningkatan kristal nukleasi dan laju pertumbuhan. Sementara itu, dengan meningkatnya waktu kristalisasi, ukuran kristal akan berubah secara perlahan dalam skala nanometer (Karimi dkk., 2012).

Wang dkk. (2007b) telah melakukan sintesis ZSM-5 dengan memvariasikan waktu kristalisasi 3-30 jam dengan komposisi rasio $13\text{Na}_2\text{O}:\text{Al}_2\text{O}_3:51\text{SiO}_2:1592\text{H}_2\text{O}$ pada 180°C . Kristalinitas meningkat dalam 24 jam pertama dan tidak meningkat lagi setelah 24 jam kristalisasi.



Gambar 2.6 Kristalinitas relatif dari sampel yang terbentuk pada waktu reaksi yang berbeda.

(Wang, dkk., 2007b)

Waktu kristalisasi juga memberikan pengaruh terhadap perubahan fasa produk. Hal ini telah dibuktikan oleh Rustam (2013) dalam penelitiannya yang menyatakan bahwa fasa produk yang dihasilkan pada sintesis ZSM-5 dengan *template* organik tetrapropilamonium bromide (TPABr) dipengaruhi oleh waktu kristalisasi seperti yang ditunjukkan pada Tabel 2.1. Waktu kristalisasi 0 hingga 6 jam tidak menghasilkan fasa ZSM-5, namun hanya terdapat fasa kaolinit yang belum bereaksi. Sementara itu, pada waktu kristalisasi 12 jam telah terbentuk fasa ZSM-5 dan seiring penambahan waktu kristalisasi pada 18 dan 24 jam fasa analsim juga terbentuk.

Tabel 2.1 Pengaruh waktu kristalisasi terhadap fasa produk.

No.	Waktu Kristalisasi	Fasa Produk
1.	0	Kaolinit
2.	6	Kaolinit
3.	12	ZSM-5
4.	18	ZSM-5 dan analsim
5.	24	ZSM-5 dan analsim

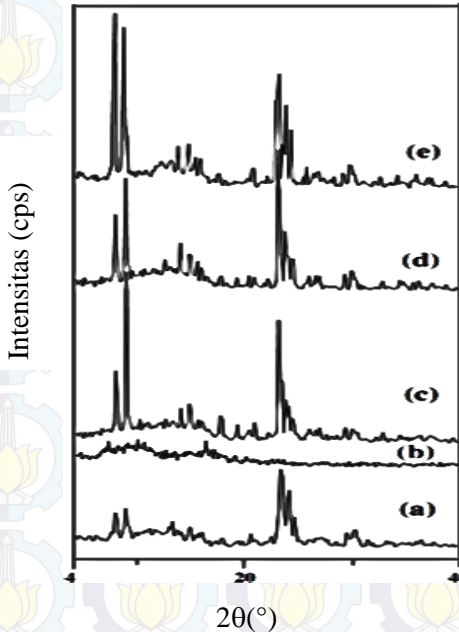
Sumber : Rustam, 2013

2.2.6 Pengaruh Variasi Komposisi Na₂O

Komposisi Na₂O-Al₂O₃-SiO₂-H₂O merupakan komposisi yang telah umum digunakan untuk kristalisasi zeolit pada sintesis zeolit. Pada Sistem dengan komposisi tersebut, alkalinitas ditunjukkan dengan rasio molar Na₂O/H₂O. Alkalinitas yang tinggi dalam suatu sistem akan menyebabkan kelarutan dari sumber Si dan Al menjadi besar. Peningkatan alkalinitas dapat memperpendek waktu induksi dan nukleasi, mempercepat kristalisasi zeolit, dan memperkecil ukuran pori (Johnson dan Arshad, 2014).

Tingkat kristalinitas dari ZSM-5 sangat bergantung pada komposisi rasio SiO₂/Al₂O₃, Na₂O/SiO₂, H₂O, dan (TPA)₂O (Kim dan Chung, 2003). Ali, dkk., (2011) telah melakukan penelitian menggunakan variasi Na₂O/SiO₂ yang berkisar antara 0,2–0,3

dalam mensintesis ZSM-5. Berdasarkan pola XRD yang didapatkan dari karakterisasi menggunakan teknik difraksi sinar-X (XRD) (Gambar 2.7), derajat kristalinitas ZSM-5 meningkat dengan meningkatnya rasio $\text{Na}_2\text{O}/\text{SiO}_2$ pada kisaran 0,2 – 0,276 dan menurun dengan meningkatnya rasio $\text{Na}_2\text{O}/\text{SiO}_2$ lebih dari 0,275. Hal ini dapat terjadi karena pH yang tinggi dapat menyebabkan pembentukan silikat, alumina, dan pembentukan sejumlah inti menjadi jenuh. Hal ini dapat disebabkan karena peranan ion OH^- dalam meningkatkan laju nukleasi ZSM-5 (Ali dkk., 2011).



Gambar 2.7 Pola XRD dari (a) ZSM-5 standar dari perusahaan Mobil (rasio Si/Al=38), dan ZSM-5 dengan komposisi $\text{Na}_2\text{O}/\text{SiO}_2$ yang berbeda-beda (b) 0,200; (c) 0,250; (d) 0,275; (e) 0,300.

NaOH biasanya digunakan sebagai penyedia komposisi Na_2O dalam sintesis zeolit. Pan dkk. (2014b) juga telah melakukan penelitian tentang pengaruh NaOH terhadap kristalinitas ZSM-5. Rasio molar NaOH/SiO_2 yang digunakan adalah 0,10-0,26. Berdasarkan pada penelitian tersebut, Pan dkk. (2014b) mendapatkan hasil bahwa kristalinitas meningkat dengan bertambahnya rasio molar NaOH/SiO_2 , sedangkan pada rasio molar NaOH/SiO_2 yang lebih besar fasa kuarsa dan mordenit akan terbentuk. Dalam media basa, ion Na^+ bertindak sebagai agen pengarah struktur dan ion OH^- bertindak sebagai *mineralizer* yang akan mempercepat transformasi (Pan, dkk., 2014b).

Kebanyakan zeolit mengkristal dari sistem basa $\text{Na}_2\text{O}-\text{Al}_2\text{O}_3-\text{SiO}_2-\text{H}_2\text{O}$. untuk sistem yang spesifik, alkalinitas didefinisikan sebagai rasio OH^-/Si atau rasio $\text{H}_2\text{O}/\text{Na}_2\text{O}$. Peningkatan alkalinitas akan memperpendek induksi dan nukleasi, sehingga dapat mempercepat kristalisasi.

2.3 Metode Sintesis Hidrotermal

Kata hidrotermal berasal dari Bahasa Yunani yaitu “hydros” yang berarti air dan “termos” yang berarti panas. Tetapi Byrappa dan Yoshimura (2001) mendefinisikan hidrotermal sebagai reaksi kimia heterogen dengan adanya pelarut pada suhu ruang dan pada tekanan yang lebih besar dari 1 atm serta dalam sistem tertutup. Beberapa faktor yang mempengaruhi proses hidrotermal adalah pH, suhu, tekanan, waktu, dan konsentrasi (Perego dan Villa, 1997).

Teknik hidrotermal secara umum digunakan dalam sintesis zeolit. Dalam metode hidrotermal, air adalah pelarut yang sangat penting dan digunakan sebagai *mineralizer*. Metode hidrotermal memiliki banyak keuntungan yaitu dapat digunakan untuk memberikan kemurnian dan homogenitas produk yang tinggi, kebutuhan energi yang lebih rendah, waktu reaksi cepat, serta untuk pertumbuhan kristal dengan modifikasi polimorfik (Byrappa dan Yoshimura, 2001)

2.4 Karakterisasi ZSM-5

2.4.1 Difraksi Sinar-X (XRD)

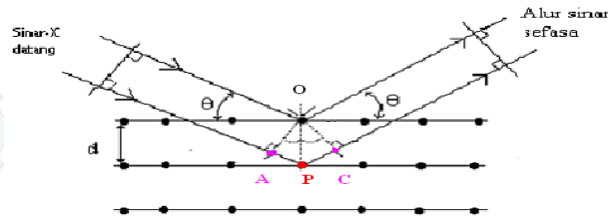
Difraksi sinar-X (XRD) merupakan alat yang digunakan untuk mengkarakterisasi suatu padatan sehingga dapat diketahui struktur kristal, fasa, dan tingkat kristalinitasnya (Cullity, 1956). Pada prinsip XRD, cahaya monokromatik dari sinar-X akan ditembakkan pada sampel padatan yang mengandung kristalin sehingga akan mengalami pemantulan (refleksi) dan terdifraksi pada sudut yang berbeda-beda terhadap sinar primer (Skoog, 1980).

Dalam hukum Bragg dinyatakan bahwa jika berkas sinar X ditembakkan pada permukaan kristal pada sudut θ , sebagian sinar akan dihamburkan oleh lapisan atom-atom dipermukaan. sinar yang tidak dihamburkan akan menembus lapisan atom dipermukaan dan menuju lapisan kedua atom-atom dan dihamburkan sebagian, sehingga yang tidak terhambur akan menuju lapisan ketiga dan seterusnya. Difraksi sinar terjadi apabila jarak antara lapisan dari atom-atom harus sama dengan panjang gelombang dan pusat hamburan harus terdistribusi teratur dalam ruang. Bragg menggambarkan difraksi sinar X oleh kristal ditunjukkan seperti Gambar 2.8. Berkas cahaya sempit ditembakkan pada permukaan kristal pada sudut θ , hamburan terjadi sebagai konsekuensi dari interaksi radiasi dengan atom-atom pada lokasi O dan P. jika :

$$AP + PC = n\lambda, \text{ atau} \quad (2.1)$$

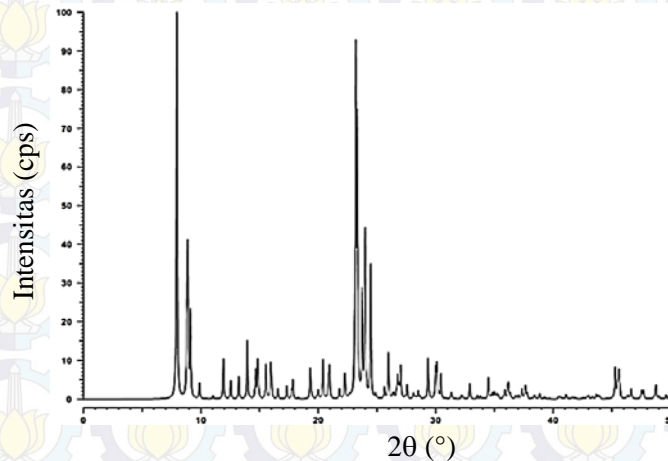
$$2d \sin \theta = n\lambda \quad (2.2)$$

dimana, d adalah jarak antar lapisan atom atau ion yang berdekatan, λ merupakan panjang gelombang radiasi sinar X, dan n adalah urutan pantulan.



Gambar 2.8 Difraksi sinar-X
(Skoog, dkk., 1998)

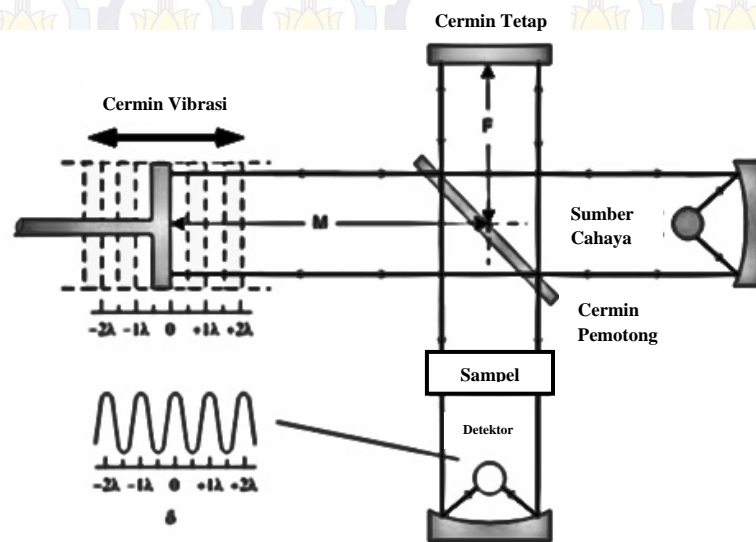
Setiap materi padatan kristalin memiliki struktur kristal tertentu sehingga mempunyai pola difraksi sinar-X yang berbeda-beda. Oleh karena itu, struktur dari suatu padatan kristalin dapat diperkirakan berdasarkan pola difraksinya. Berdasarkan *Collection of Simulation XRD Powder Patterns for Zeolites*, puncak yang muncul pada $2\theta = 7,94; 8,8; 8,9; 23,1$ dan $23,98^\circ$ merupakan difraksi sinar-X dari tipe struktur zeolite MFI (Treacy dan Higgins, 2001). Gambar 2.9 menunjukkan pola XRD dari ZSM-5.



Gambar 2.9 Pola XRD ZSM-5
(Treacy dan Higgins, 2001)

2.4.2 Fourier Transform Infrared (FTIR)

Fourier Transform Infrared (FTIR) merupakan teknik yang digunakan untuk mengetahui gugus fungsi (Bruice, 2001). Prinsip FTIR didasarkan pada vibrasi internal atom gugus fungsi. Inti-inti atom yang terikat secara kovalen akan mengalami getaran jika molekul menyerap radiasi inframerah dan energi yang diserap tersebut dapat menaikkan amplitudo getaran atom-atom yang terikat. Tipe ikatan bersifat spesifik terhadap panjang gelombang serapan. Hal inilah yang menyebabkan tiap-tiap molekul akan memiliki karakteristik spektrum inframerah pada konsentrasi ukur tertentu, yang dapat dibedakan dari spektrum lain melalui posisi dan intensitas serapan. Oleh karena itu, karakterisasi menggunakan FTIR dapat digunakan untuk identifikasi dan analisa kuantitatif (Sibilia, 1996). Gambar 2.10 menunjukkan bagan alat FTIR.



Gambar 2.10 Skema alat spektrometer FTIR
(Sibilia, 1996)

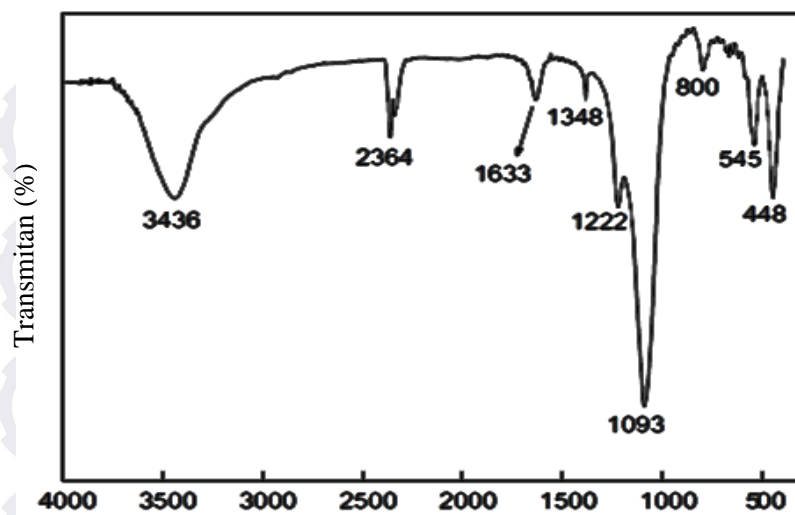
Spektra inframerah dari zeolit berada pada bilangan gelombang antara 300-1300 cm^{-1} . Vibrasi kisi pada daerah bilangan gelombang tersebut dibagi kedalam 2 kategori, yaitu ikatan yang sensitif dan tidak sensitif terhadap perubahan struktur seperti yang ditunjukkan pada Tabel 2.2.

Tabel 2.2 Daerah bilangan gelombang vibrasi kisi zeolit.

Jenis Vibrasi Kisi	Bilangan Gelombang
Vibrasi yang tidak sensitif terhadap perubahan struktur :	
1. Regangan asimetrik	950 – 1250 cm^{-1}
2. Regangan simetrik	650 – 720 cm^{-1}
3. Ikatan T – O	420 – 500 cm^{-1}
Vibrasi yang sensitif terhadap perubahan struktur :	
1. Regangan asimetrik	1050 – 1150 cm^{-1}
2. Regangan simetrik	750 – 820 cm^{-1}
3. Vibrasi cincin ganda	500 – 650 cm^{-1}
4. Vibrasi pori terbuka	300 – 420 cm^{-1}

(Bekkum, dkk., 1991)

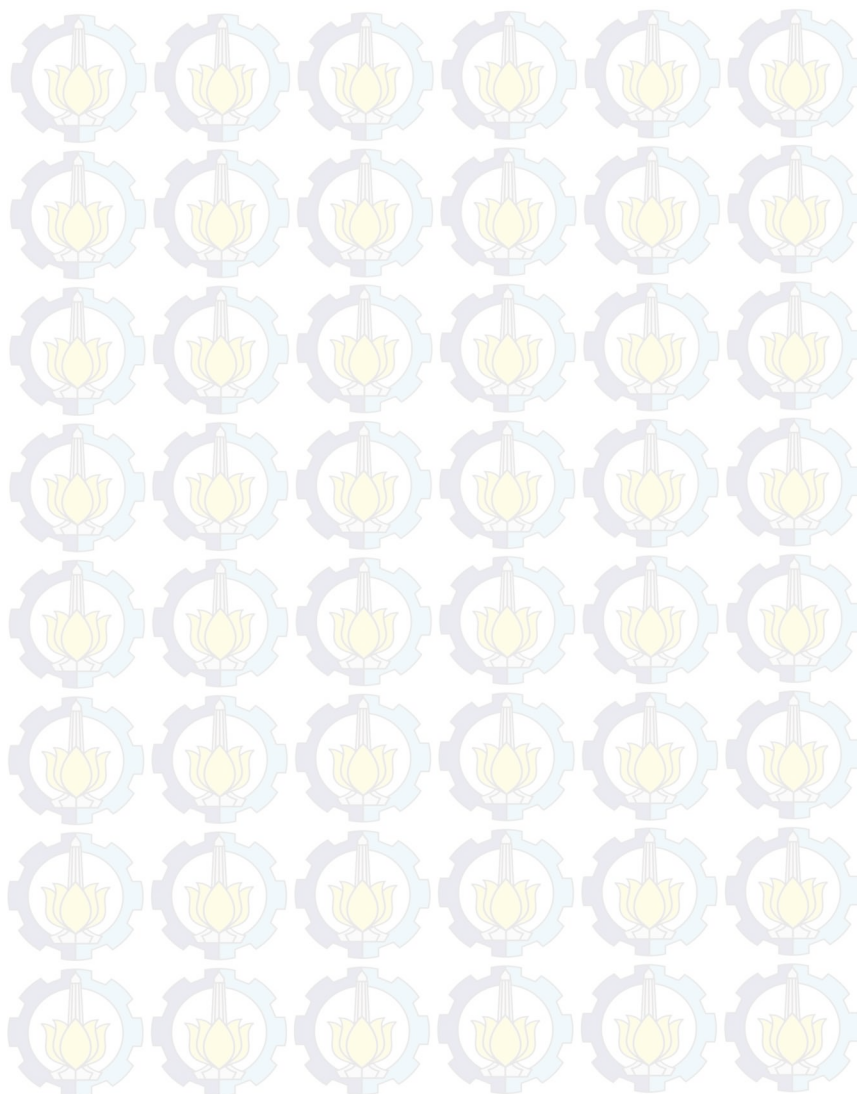
Hasil karakterisasi FTIR menghasilkan data spektra absorpsi inframerah yang merupakan bentuk bilangan gelombang terhadap absorbansi atau transmittan. Spektra FTIR dari ZSM-5 ditunjukkan pada Gambar 2.11. Dimana pita absorpsi dapat terjadi pada bilangan gelombang 1222, 1093, 800, 545 dan 448 cm^{-1} . Pita absorpsi pada bilangan gelombang 1222 cm^{-1} menunjukkan vibrasi asimetri eksternal, pita absorpsi pada 1093 cm^{-1} menunjukkan vibrasi asimetri internal, pita absorpsi pada 448 cm^{-1} menunjukkan vibrasi ikatan T-O-T, dan pita absorpsi pada 545 cm^{-1} menunjukkan vibrasi *framework* dari cincin lima yang merupakan karakteristik dari struktur zeolit MFI (Yang dkk., 2011)



Bilangan Gelombang (cm⁻¹)
Gambar 2.11 Spektrum FTIR ZSM-5

(Yang dkk., 2011)

“Halaman ini sengaja dikosongkan”



BAB III METODOLOGI PENELITIAN

3.1 Alat dan Bahan

3.1.1 Alat dan Instrumen

Peralatan yang digunakan dalam penelitian ini diantaranya adalah gelas beker 500 ml dan 250 ml, neraca analitik, kaca arloji, *magnetic stirrer*, *stirrer*, pengaduk besi, pipet tetes, autoklaf, oven, sendok kecil, kertas pH universal, tabung *centrifuge* (plastik), *centrifuge*, kertas saring, dan cawan petri. Instrumen yang digunakan dalam penelitian ini adalah *X-rays Diffraction* (XRD) (XRDJOEL JDX-3530) dan *Fourier Transform Infrared* (FTIR) (Shimadzu, 8400S).

3.1.2 Bahan

Bahan-bahan yang digunakan dalam penelitian ini diantaranya adalah natrium hidroksida (NaOH) (Merck, 99%), sekam padi (94% Si dalam abu sekam), kaolin Bangka (47% SiO₂ dan 22% Al₂O₃ wt), tetrapropilamonium hidroksida (TPAOH, 40% dalam air), dan air demineralisasi.

3.2 Prosedur Kerja

3.2.1 Sintesis ZSM-5

Dalam penelitian ini ZSM-5 disintesis dengan *template* organik tetrapropilamonium hidroksida (TPAOH) menggunakan metode sintesis hidrotermal dengan variasi komposisi Na₂O dan variasi waktu kristalisasi. Komposisi rasio molar yang digunakan adalah $x\text{Na}_2\text{O}:100\text{SiO}_2:2\text{Al}_2\text{O}_3:1800\text{H}_2\text{O}:20\text{TPAOH}$ dengan nilai x adalah 4, 7, dan 10. Perhitungan bahan yang diperlukan untuk masing-masing komposisi Na₂O disajikan dalam Lampiran 2. Preparasi dilakukan dengan menambahkan kaolin sebagai sumber silikat (SiO₂) dan aluminat (Al₂O₃) pada NaOH yang telah dilarutkan dalam setengah air demineralisasi yang digunakan. Abu sekam padi kemudian ditambahkan ke dalam campuran

tersebut secara perlahan-lahan untuk mencegah agar campuran tidak menggumpal dan ditambahkan air demineralisasi yang masih tersisa sambil diaduk menggunakan *magnetic stirrer* selama 2 jam. Setelah pengadukan selama 2 jam, tetrapropilamonium hidroksida (TPAOH) ditambahkan ke dalam campuran dan dilakukan pengadukan selama 6 jam pada suhu ruang dengan kecepatan pengadukan 400 rpm. Campuran tersebut kemudian diperam (*aging*) selama 12 jam pada suhu ruang, selanjutnya diletakkan dalam autoklaf *stainless steel*. Campuran dalam autoklaf *stainless steel* tersebut kemudian dihidrotermal pada suhu 175°C dengan variasi waktu kristalisasi 3, 6, 9, 12, dan 24 jam. Setelah reaksi selesai, campuran didinginkan pada suhu ruang untuk menghentikan proses kristalisasi. Campuran hasil hidrotermal diukur pH-nya menggunakan kertas pH universal. Apabila pH campuran masih basa ($\text{pH} > 7$), maka campuran hasil hidrotermal dicuci dengan air demineralisasi hingga netral ($\text{pH} = 7$). Padatan dan cairan dari campuran hasil penetralan dipisahkan dengan menggunakan *centrifuge*. Setelah itu, padatan dikeringkan pada suhu 120°C selama 12 jam dan dikarakterisasi dengan XRD dan FTIR.

3.3 Karakterisasi ZSM-5

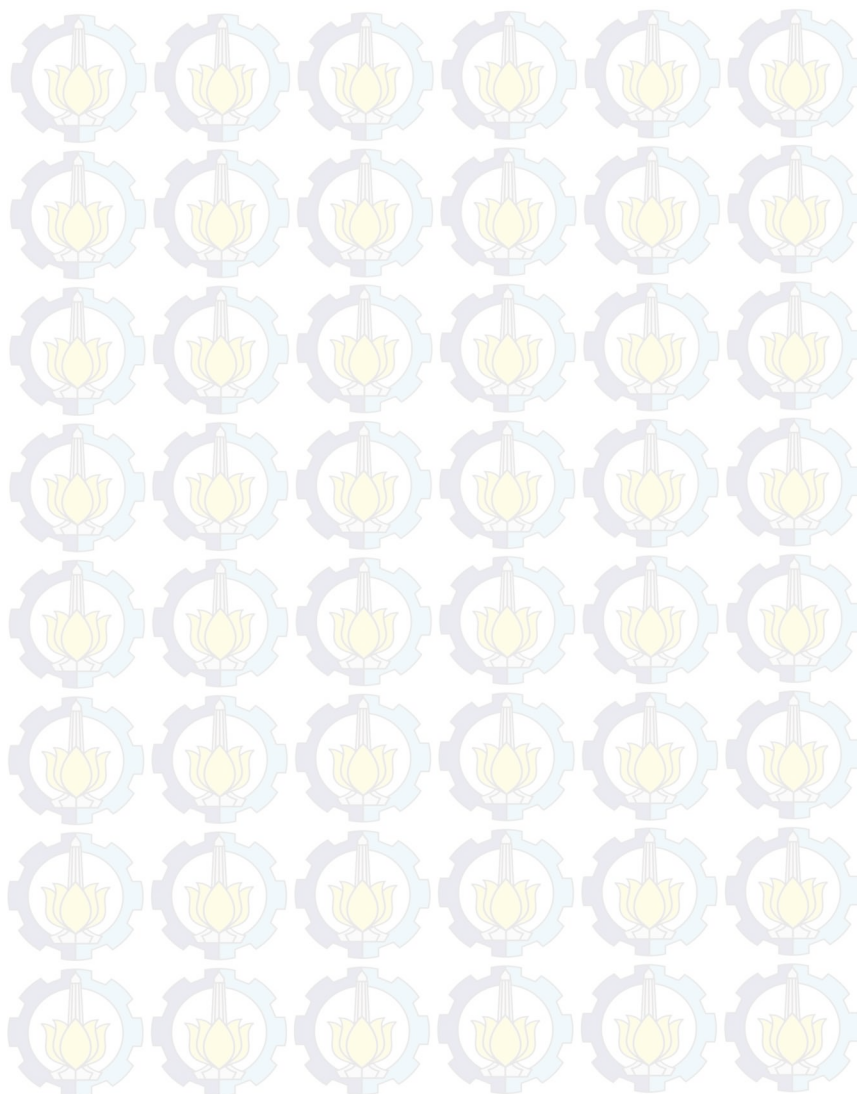
3.3.1 Difraksi Sinar-X

Produk sintesis yang dihasilkan dikarakterisasi menggunakan difraksi sinar-x (XRDJOEL JDX-3530). Teknik difraksi sinar-x digunakan untuk memperoleh informasi tentang struktur kristal dan untuk menentukan tingkat kristalinitas padatan dari ZSM-5, 1 gram padatan diletakkan dalam *sample holder* dan diradiasi menggunakan radiasi Cu K α pada panjang gelombang $\lambda = 1,5418 \text{ \AA}$ (Pan dkk., 2014a), voltase 40 kV, kecepatan *scan* 0,04°/menit, dan arus 30 mA dengan rentang sudut $2\theta = 5^\circ - 50^\circ$ (Wang dkk., 2007b).

3.3.2 Spektroskopi *Fourier Transform Infrared* (FTIR)

Padatan ZSM-5 hasil sintesis dikarakterisasi dengan spektroskopi inframerah (Shimadzu 8400S) untuk mengetahui gugus fungsi pada bilangan gelombang $400\text{-}4000\text{ cm}^{-1}$ (Wang dkk., 2007b). Karakterisasi ini dilakukan menggunakan metode pellet KBr (Mostafa, dkk., 2013), dengan meletakkan 1 gram padatan sampel yang ditambahkan 99 mg KBr, kemudian dijadikan pellet dan dimasukkan ke dalam *sample holder* sebelum dikarakterisasi.

“Halaman ini sengaja dikosongkan”



BAB IV

HASIL DAN PEMBAHASAN

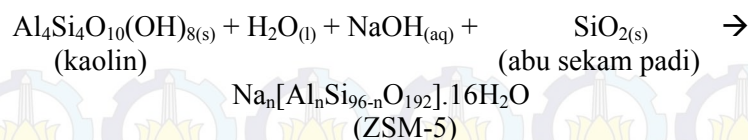
Pada penelitian ini, ZSM-5 disintesis langsung dari kaolin Bangka dan abu sekam padi dengan pengaruh Na_2O menggunakan metode hidrotermal. Sintesis ZSM-5 dilakukan dengan *template* organik tetrapropilamonium hidroksida (TPAOH). *Template* berfungsi sebagai agen untuk mengarahkan struktur ZSM-5 (Jun dkk., 2013). Pengaruh Na_2O pada sintesis ZSM-5 dapat diketahui dengan memvariasi rasio molar $\text{Na}_2\text{O}/\text{SiO}_2$ sebesar 0,04; 0,07; dan 0,1 serta variasi waktu kristalisasi yaitu 3, 6, 9, 12, dan 24 jam. Padatan hasil sintesis dikarakterisasi dengan difraksi sinar-X (XRD) untuk memperoleh informasi tentang kristalinitas padatan dan spektroskopi *Fourier Transform Infrared* (FTIR) untuk mengetahui vibrasi gugus fungsi dari struktur suatu padatan (Deepesh dkk., 2013).

4.1 Sintesis ZSM-5

Pada penelitian ini, telah dilakukan sintesis ZSM-5 secara langsung dari kaolin Bangka dengan metode hidrotermal menggunakan *template* organik. Sintesis ZSM-5 dilakukan berdasarkan metode sintesis Rustam (2013) menggunakan *template* tetrapropilamonium hidroksida (TPAOH). Bahan-bahan yang digunakan antara lain NaOH, kaolin Bangka, abu sekam padi, tetrapropilamonium hidroksida (TPAOH), dan air demineralisasi. NaOH pada penelitian ini menjadi sumber Na_2O . NaOH juga dapat digunakan sebagai sumber alkali dan *template* (Deepesh dkk., 2013), kaolin Bangka digunakan sebagai sumber silikat dan aluminat dengan kandungan SiO_2 sebesar 47% dan Al_2O_3 sebesar 22%, abu sekam padi sebagai sumber silikat tambahan dengan kandungan SiO_2 sebesar 94%, tetrapropilamonium hidroksida (TPAOH) merupakan *template* organik yang digunakan sebagai agen pengarah struktur ZSM-5, dan air demineralisasi sebagai sumber H_2O . Sintesis ZSM-5 dilakukan dengan menggunakan perbandingan komposisi rasio

molar $x\text{Na}_2\text{O} : 100\text{SiO}_2 : 2\text{Al}_2\text{O}_3 : 1800\text{H}_2\text{O} : 20\text{TPAOH}$, dengan x adalah 4, 7, dan 10.

Sintesis ZSM-5 diawali dengan menimbang bahan-bahan yang digunakan sesuai dengan perhitungan komposisi molarnya. NaOH yang telah ditimbang dilarutkan dengan setengah bagian air demineralisasi hingga larut. Kaolin Bangka kemudian ditambahkan ke dalam larutan tersebut secara perlahan-lahan dengan diikuti pengadukan menggunakan *magnetic stirrer* hingga tercampur rata. Setelah itu, abu sekam padi ditambahkan kedalam campuran kaolin Bangka dan larutan NaOH secara perlahan-lahan dengan tetap diikuti pengadukan menggunakan *magnetic stirrer*. Air demineralisasi yang tidak digunakan untuk melarutkan NaOH kemudian ditambahkan ke dalam campuran tersebut agar campuran tidak menjadi kental dan tetap dilakukan pengadukan. Setelah 2 jam, ditambahkan tetrapropilamonium hidroksida (TPAOH) tetes demi tetes ke dalam campuran sambil tetap diaduk. Pengadukan dilanjutkan dengan kecepatan 400 rpm selama 6 jam pada suhu ruang yang bertujuan untuk menghomogenkan campuran. Campuran tersebut kemudian diperam (*di-aging*) selama 12 jam untuk menata ulang ikatan dan struktur kimia (Weitkamp dan Puppe, 1999). Setelah pemeraman, campuran tersebut dimasukkan ke dalam *autoclave stainless steel* untuk dilakukan proses kristalisasi dengan metode hidrotermal pada suhu 175°C selama 3, 6, 9, 12, dan 24 jam. Proses hidrotermal dilakukan dengan kondisi suhu dan tekanan yang tinggi dalam sistem tertutup menggunakan pelarut air (Byrappa dan Yoshimura, 2001). Kondisi tersebut dimaksudkan agar komposisi reaktan tidak berkurang. Pada proses hidrotermal terjadi reaksi kondensasi yang memungkinkan adanya pembentukan ikatan-ikatan baru, diantaranya adalah seperti ikatan antar atom Si, Al-O-Si, Al (T-O-T) (Cundy dan Cox, 2005). Reaksi dari pembentukan ZSM-5 secara umum adalah sebagai berikut :



Setelah dihidrotermal, campuran hasil sintesis diukur pH-nya menggunakan kertas pH universal dan didapatkan pH campuran hasil sintesis yaitu 11 untuk rasio molar $\text{Na}_2\text{O}/\text{SiO}_2$ 0,04 dan 12 untuk rasio molar $\text{Na}_2\text{O}/\text{SiO}_2$ sebesar 0,07 dan 0,1. Campuran hasil sintesis dicuci menggunakan air demineralisasi hingga pH netral (pH=7). Setelah netral, campuran hasil sintesis dipisahkan dengan *centrifuge* selama 10 menit untuk memisahkan fasa padatan dengan fasa cairan. Padatan yang didapatkan dikeringkan dalam oven bersuhu 120°C selama 12 jam untuk menghilangkan sisa air. Kemudian padatan hasil sintesis yang telah kering dikarakterisasi menggunakan difraksi sinar-X (XRD) untuk mengetahui fasa kristal dan kristalinitas padatan serta dikarakterisasi menggunakan spektroskopi *Fourier Transform Infrared* (FTIR) untuk mengetahui vibrasi gugus fungsi dari struktur padatan.

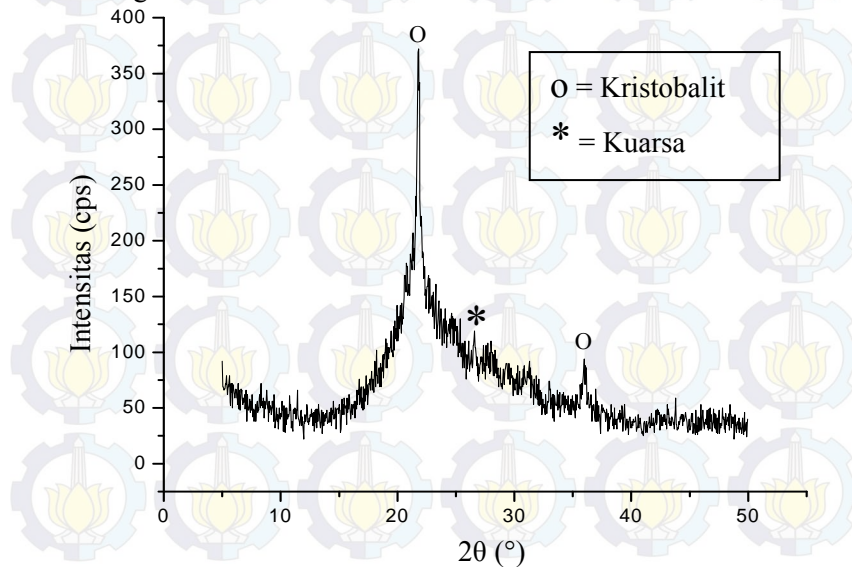
4.2 Karakterisasi ZSM-5

4.2.1 Difraksi Sinar-X

Padatan sampel hasil sintesis yang telah dikeringkan dalam oven dikarakterisasi dengan difraksi sinar-X (XRD) menggunakan alat X'Pert Graphics & Identify untuk mengetahui struktur, fasa, dan kristalinitas kristal. Teknik karakterisasi difraksi sinar-X (XRD) dilakukan menggunakan radiasi $\text{Cu K}\alpha$ pada panjang gelombang $\lambda=1,54056$ dan pada sudut $2\theta=5^\circ\text{-}50^\circ$. Gambar 4.1 menunjukkan pola XRD dari abu sekam padi yang digunakan sebagai bahan dasar dalam sintesis ZSM-5. Pola XRD abu sekam padi menunjukkan adanya *hump* pada 2θ $15\text{-}30^\circ$ yang mengindikasikan bahwa abu sekam padi mengandung material amorf. Pola XRD abu sekam padi juga menunjukkan puncak pada 2θ sekitar $21,8^\circ$ dengan intensitas yang tinggi. Puncak pada 2θ sekitar $36,02^\circ$ juga teramati pada pola XRD abu sekam padi.

Kedua puncak tersebut menunjukkan bahwa abu sekam padi yang digunakan mengandung kristobalit. Hal ini sesuai dengan yang dilaporkan oleh Kordatos dkk. (2008) bahwa puncak-puncak pada 2θ sekitar $21,9^\circ$; $28,5^\circ$; $31,5^\circ$; dan $36,3^\circ$ merupakan puncak dari kristobalit. Berdasarkan *Collection of Simulation XRD Powder Patterns for Zeolites* kristobalit menunjukkan puncak pada 2θ sekitar $22,0^\circ$; $28,47^\circ$; $31,44^\circ$; dan $36,15^\circ$ (Treacy dan Higgins, 2001).

Abu sekam padi yang digunakan juga memiliki kandungan kuarsa. Hal ini dapat ditunjukkan dengan adanya puncak pada 2θ sekitar $26,6^\circ$ yang mengindikasikan adanya fasa kuarsa. Kuarsa memiliki puncak khas pada 2θ sekitar $26,6^\circ$ (Treacy dan Higgins, 2001). Prasetyoko dkk. (2012) telah melaporkan bahwa puncak pada 2θ sekitar $26,59^\circ$ adalah puncak kuarsa. Berdasarkan hal tersebut, maka dapat disimpulkan bahwa abu sekam padi yang digunakan sebagai bahan dasar dalam sintesis ZSM-5 memiliki kandungan kristobalit dan kuarsa.



Gambar 4.1 Pola XRD abu sekam padi

Gambar 4.2(a) menunjukkan pola XRD Kaolin Bangka yang memiliki puncak-puncak pada 2θ sekitar $12,3^\circ$; $19,8^\circ$; $20,3^\circ$; $21,2^\circ$; $22,9^\circ$; $24,8^\circ$; $34,9^\circ$; $35,4^\circ$; $35,9^\circ$; $37,6^\circ$; $38,4^\circ$; $39,2^\circ$; dan $45,4^\circ$. Puncak-puncak kaolin tersebut sama seperti yang dilaporkan oleh Kahraman (2005) dalam jurnalnya bahwa puncak pada 2θ sekitar $12,3^\circ$; $24,8^\circ$; dan $38,3^\circ$ adalah puncak-puncak yang dimiliki oleh kaolin. Pola XRD kaolin menunjukkan puncak tajam pada 2θ sekitar $12,3^\circ$ dan $24,8^\circ$. Puncak tajam pada 2θ sekitar $12,3^\circ$ dan $24,8^\circ$, serta puncak-puncak kecil diantara 2θ $20,5^\circ$ dan $35-38,5^\circ$ adalah puncak dari kaolinit (Alkan dkk., 2005). Kaolinit merupakan kandungan utama dari kaolin. Selain kaolinit, kaolin juga mengandung kuarsa, feldspar, illit, montmorilonit, ilmenit, anastase, hematit, bauksit, zircon, rutil, kyanite, silliminat, grafit, atapulgit, dan haloisit dalam kadar yang rendah (Varga, 2007).

Pada Gambar 4.2(b-d) ditunjukkan referensi pola XRD dari ZSM-5, kristobalit, dan analsim yang diambil dari *Collection of Simulation XRD Powder Patterns for Zeolites* (Treacy dan Higgins, 2001). Gambar 4.2(e-i) menunjukkan pola XRD dari sampel hasil sintesis dengan rasio molar $\text{Na}_2\text{O}/\text{SiO}_2$ sebesar 0,04 dan dengan variasi waktu kristalisasi. Pola XRD dari sampel hasil sintesis dengan waktu kristalisasi 3 jam (Gambar 4.2(e)) menunjukkan adanya puncak kecil pada 2θ sekitar $12,3^\circ$ dan $24,8^\circ$ yang mengindikasikan bahwa kaolin masih terdapat pada sampel hasil sintesis dan adanya puncak pada 2θ sekitar $21,6^\circ$ dengan intensitas tinggi; $36,02^\circ$; dan $43,1^\circ$ mengindikasikan adanya fasa kristobalit yang kemungkinan berasal dari abu sekam padi. Oleh karena itu, dapat disimpulkan bahwa pada waktu kristalisasi 3 jam dengan menggunakan rasio molar $\text{Na}_2\text{O}/\text{SiO}_2$ sebesar 0,04 bahan dasar kaolin dan abu sekam padi masih belum bertransformasi menjadi ZSM-5. Pola XRD sampel hasil sintesis 0,04 $\text{Na}_2\text{O}/\text{SiO}_2$ dengan waktu kristalisasi 3 jam juga menunjukkan puncak pada 2θ sekitar $26,6^\circ$ yang mengindikasikan adanya fasa kuarsa. Berdasarkan laporan Atta,

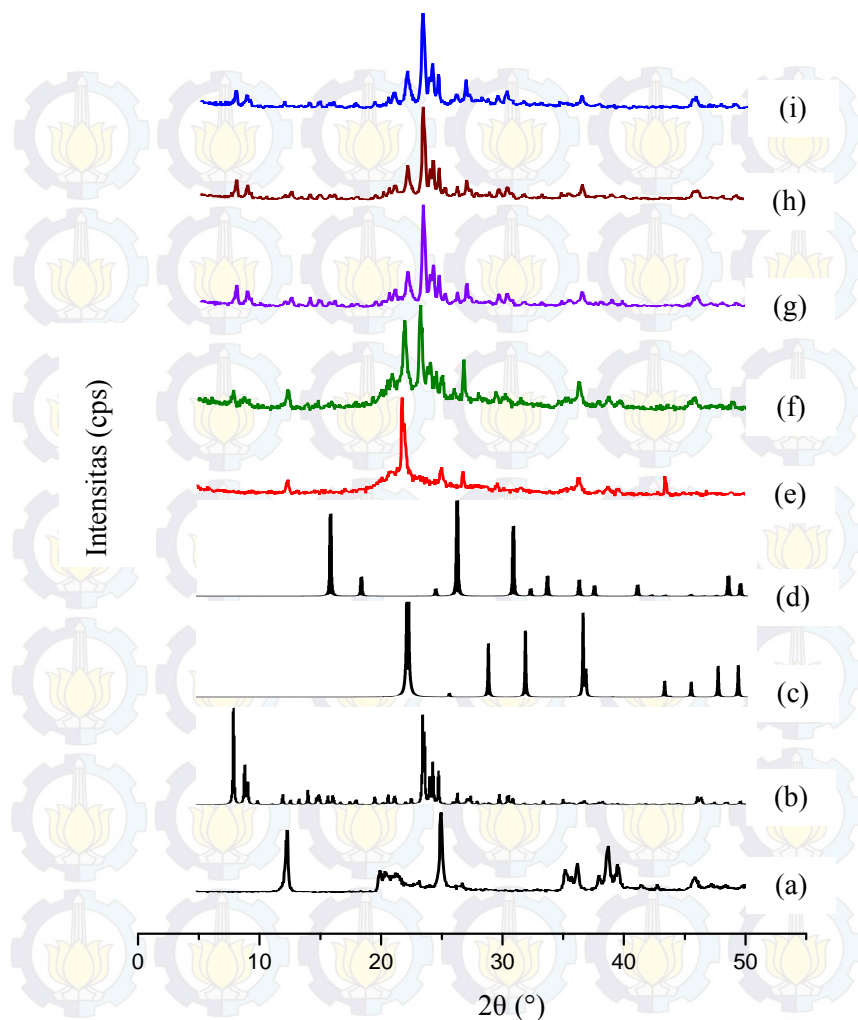
dkk. (2012) dalam jurnalnya bahwa puncak pada 2θ sekitar $26,64^\circ$ dengan intensitas kecil merupakan fasa α -kuarsa (Si_3O_6).

Pola XRD sampel hasil sintesis $0,04 \text{ Na}_2\text{O}/\text{SiO}_2$ dengan waktu kristalisasi 6, 9, 12, dan 24 jam juga ditunjukkan pada Gambar 4.2(f-i). Pola XRD sampel hasil sintesis tersebut menunjukkan puncak-puncak pada 2θ sekitar $7,9^\circ$; $8,8^\circ$; $23,1^\circ$; dan $23,9^\circ$ yang mengindikasikan fasa ZSM-5 telah terbentuk. Puncak-puncak ZSM-5 tersebut sama seperti yang dilaporkan oleh Feng, dkk. (2009) bahwa puncak pada 2θ sekitar $7,9^\circ$; $8,7^\circ$; $23,0^\circ$; dan $23,9^\circ$ adalah puncak-puncak yang dimiliki oleh ZSM-5 komersial. Selain fasa ZSM-5, fasa yang lain juga ditemukan dalam semua sampel hasil sintesis $0,04 \text{ Na}_2\text{O}/\text{SiO}_2$. Gambar 4.2(e-i) menunjukkan bahwa pola XRD sampel hasil sintesis $0,04 \text{ Na}_2\text{O}/\text{SiO}_2$ menunjukkan puncak pada 2θ sekitar $21,7^\circ$ dan $26,6^\circ$ yang mengindikasikan adanya fasa kristobalit dan fasa kuarsa. Puncak kaolin pada 2θ sekitar $12,3^\circ$ dan $24,8^\circ$ masih teramati pada pola XRD sampel hasil sintesis $0,04 \text{ Na}_2\text{O}/\text{SiO}_2$ dengan waktu kristalisasi 6, 9, dan 12 jam. Pola XRD sampel hasil sintesis $0,04 \text{ Na}_2\text{O}/\text{SiO}_2$ dengan waktu 24 jam menunjukkan bahwa kaolin telah bertransformasi seluruhnya menjadi ZSM-5. Hal ini ditunjukkan dengan tidak adanya puncak yang teramati pada 2θ sekitar $12,3^\circ$ dan $24,8^\circ$.

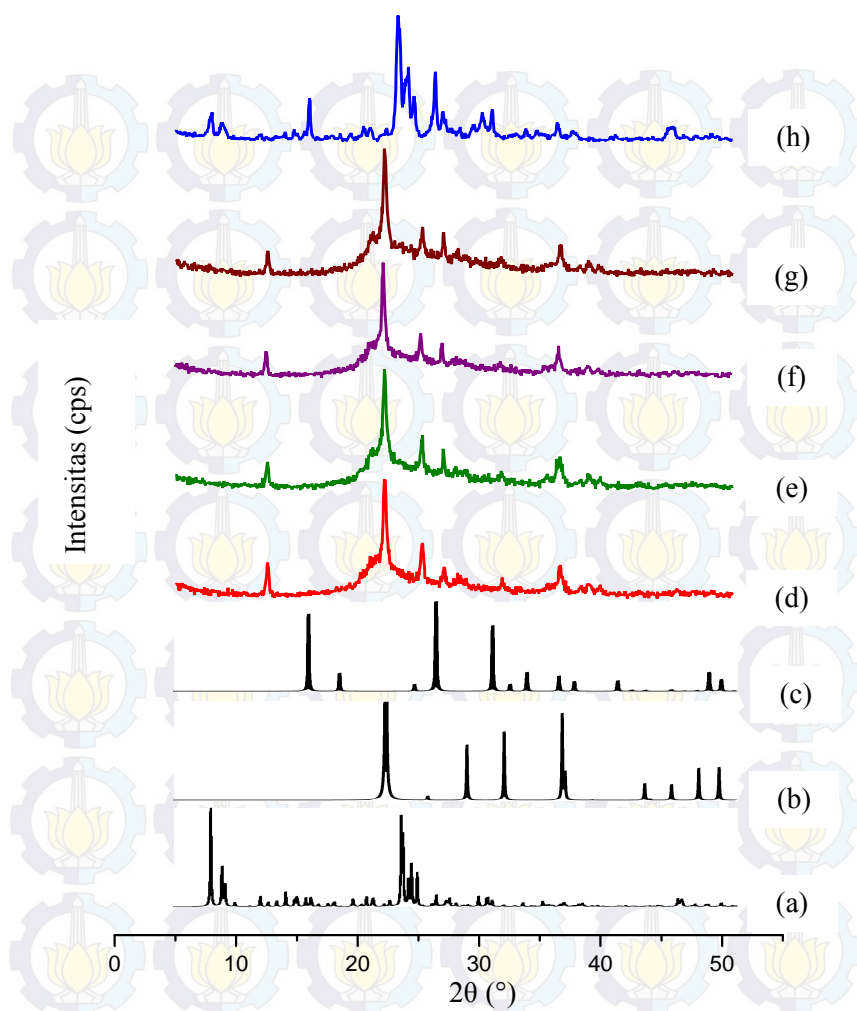
Pola XRD sampel hasil sintesis dengan komposisi rasio molar $\text{Na}_2\text{O}/\text{SiO}_2$ sebesar 0,07 ditunjukkan pada Gambar 4.3. Pada waktu kristalisasi 3, 6, 9, dan 12 jam seperti yang ditunjukkan pada Gambar 4.3(d-g), ZSM-5 masih belum terbentuk. Hal ini dikarenakan tidak adanya puncak-puncak khas ZSM-5 yang teramati. Puncak yang teramati pada Gambar 4.3(d-g) hampir sama yaitu pada 2θ sekitar $12,3^\circ$; $24,9^\circ$ yang menunjukkan masih adanya kaolin pada sampel hasil sintesis $0,07 \text{ Na}_2\text{O}/\text{SiO}_2$, puncak pada 2θ sekitar $21,8^\circ$ yang menunjukkan fasa kristobalit, dan puncak pada 2θ sekitar $26,6^\circ$ menunjukkan adanya fasa kuarsa. Pada waktu kristalisasi 24 jam, ZSM-5 telah terbentuk. Hal ini dapat ditunjukkan oleh pola XRD pada Gambar 4.3(h) yang memiliki puncak pada 2θ sekitar $7,8^\circ$; $8,75^\circ$; $23,02^\circ$; dan

23,8°. Puncak juga muncul pada 2θ sekitar 15,8° dan 26,03°. Kedua puncak tersebut merupakan puncak dari fasa analsim. Fasa analsim muncul pada puncak 2θ 15,8° dan 25,9° (Treacy dan Higgins, 2001). Fasa analsim dalam sintesis ZSM-5 merupakan fasa pengotor dimana fasa analsim tidak diharapkan terbentuk dalam sintesis ini.

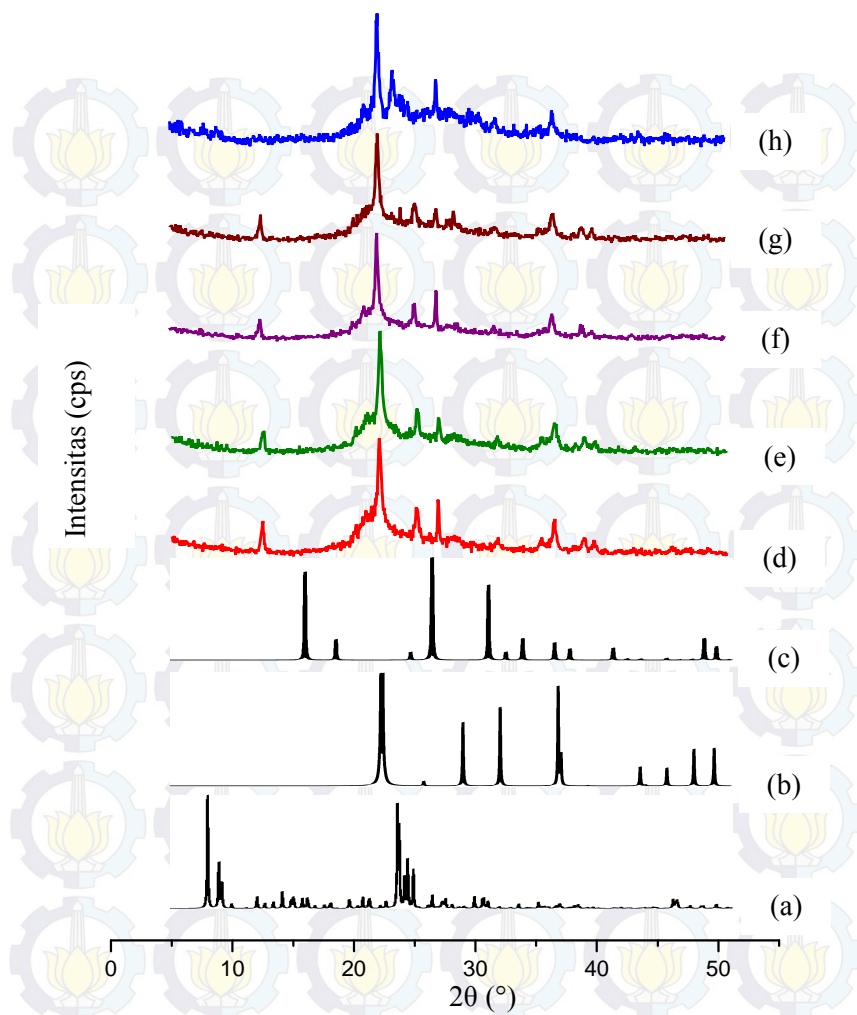
Gambar 4.4 menunjukkan pola XRD sampel hasil sintesis dengan komposisi rasio molar $\text{Na}_2\text{O}/\text{SiO}_2$ sebesar 0,1. Dari pola XRD tersebut dapat diketahui bahwa ZSM-5 masih belum terbentuk pada waktu kristalisasi 3, 6, 9, dan 12 jam (Gambar 4.4(d-g)). Pola XRD sampel hasil sintesis 0,1 $\text{Na}_2\text{O}/\text{SiO}_2$ hampir sama seperti pola XRD sampel hasil sintesis 0,07 $\text{Na}_2\text{O}/\text{SiO}_2$ yaitu masih terdapat kaolin, terbentuk fasa kristobalit dan fasa kuarsa. Pada waktu kristalisasi 24 jam terlihat adanya puncak kecil pada 2θ sekitar 7,7; 8,7; dan 23,09° (Gambar 4.4h) sehingga dapat disimpulkan bahwa sampel hasil sintesis dengan rasio molar $\text{Na}_2\text{O}/\text{SiO}_2$ sebesar 0,1 dengan waktu kristalisasi 24 jam masih berada pada tahap awal pembentukan kristal ZSM-5. Berdasarkan *Collection of Simulation XRD Powder Patterns for Zeolites*, puncak pada $2\theta = 7,94; 8,8; 8,9; 23,1; \text{ dan } 23,98^\circ$ merupakan pola puncak dari tipe struktur zeolite MFI (Treacy dan Higgins, 2001). Oleh karena itu, dapat disimpulkan bahwa sampel hasil sintesis dengan komposisi rasio molar $\text{Na}_2\text{O}/\text{SiO}_2$ sebesar 0,04; 0,07; dan 0,1 memiliki struktur MFI.



Gambar 4.2 Pola XRD sampel (a) kaolin Bangka, (b) ZSM-5, (c) Kristobalit, (d) Analsim (Treacy dan Higgins, 2001), dan sampel hasil sintesis dengan rasio molar $\text{Na}_2\text{O}/\text{SiO}_2$ 0,04 dengan waktu kristalisasi (e) 3 jam, (f) 6 jam, (g) 9 jam, (h) 12 jam, (i) 24 jam.



Gambar 4.3 Pola XRD sampel (a) ZSM-5, (b) Kristobalit, (c) Analsim, dan sampel hasil sintesis dengan rasio molar Na₂O/SiO₂ 0,07 dengan waktu kristalisasi (d) 3 jam, (e) 6 jam, (f) 9 jam, (g) 12 jam, (h) 24 jam.



Gambar 4.4 Pola XRD sampel (a) ZSM-5, (b) Kristobalit, (c) Analsim, dan sampel hasil sintesis dengan rasio molar $\text{Na}_2\text{O}/\text{SiO}_2$ 0,1 dengan waktu kristalisasi (d) 3 jam, (e) 6 jam, (f) 9 jam, (g) 12 jam, (h) 24 jam.

Kristalinitas dari sampel hasil sintesis dengan waktu kristalisasi 3, 6, 9, 12, dan 24 jam menggunakan *template* tetrapropilamonium hidroksida (TPAOH) dapat ditentukan dengan intensitas (Tabel 4.1, 2, 3). Semakin tinggi intensitas, maka suatu sampel padatan akan semakin kristalin. Hal ini sesuai dengan yang dilaporkan oleh Pirutko dkk. (2001) dan Feng dkk. (2009) bahwa kristalinitas berbanding lurus dengan intensitas. Berdasarkan data intensitas dapat diketahui bahwa intensitas yang paling tinggi adalah pada rasio molar $\text{Na}_2\text{O}/\text{SiO}_2$ sebesar 0,04 dengan waktu kristalisasi 12 jam (1736,17 cps), pada rasio molar $\text{Na}_2\text{O}/\text{SiO}_2$ sebesar 0,07 dengan waktu kristalisasi 24 jam (1376,1 cps), dan pada rasio molar $\text{Na}_2\text{O}/\text{SiO}_2$ sebesar 0,1 dengan waktu kristalisasi 24 jam (122,13 cps). Oleh karena itu, dapat disimpulkan bahwa kristalinitas $0,04 \text{ Na}_2\text{O}/\text{SiO}_2 > 0,07 \text{ Na}_2\text{O}/\text{SiO}_2 > 0,1 \text{ Na}_2\text{O}/\text{SiO}_2$.

Tabel 4.1 Intensitas sampel hasil sintesis dengan rasio molar $\text{Na}_2\text{O}/\text{SiO}_2$ sebesar 0,04 dengan variasi waktu kristalisasi.

2θ (°)	Intensitas (cps)				
	3 h	6 h	9 h	12 h	24 h
22,95 – 23,08	-	430,18	1000,13	995,95	767,18
23,81 – 23,93	-	199,70	412,70	405,19	355,89
24,28 – 24,36	-	117,48	308,10	335,03	263,16
Total Intensitas (cps)	-	747,36	1720,93	1736,17	1386,23

Tabel 4.2 Intensitas sampel hasil sintesis dengan rasio molar $\text{Na}_2\text{O}/\text{SiO}_2$ sebesar 0,07 dengan variasi waktu kristalisasi.

2θ (°)	Intensitas (cps)				
	3 h	6 h	9 h	12 h	24 h
22,95 – 23,08	-	-	-	-	732,68
23,81 – 23,93	-	-	-	-	387,6
24,28 – 24,36	-	-	-	-	255,82
Total Intensitas (cps)	-	-	-	-	1376,1

Tabel 4.3 Intensitas sampel hasil sintesis dengan rasio molar $\text{Na}_2\text{O}/\text{SiO}_2$ sebesar 0,1 dengan variasi waktu kristalisasi.

2θ (°)	Intensitas (cps)				
	3 h	6 h	9 h	12 h	24 h
22,95 – 23,08	-	-	-	-	122,13
23,81 – 23,93	-	-	-	-	-
24,28 – 24,36	-	-	-	-	-
Total Intensitas (cps)	-	-	-	-	122,13

Berdasarkan data intensitas tersebut, sampel dengan waktu kristalisasi 12 jam pada rasio molar $\text{Na}_2\text{O}/\text{SiO}_2$ 0,04 memiliki intensitas paling tinggi, sehingga sampel tersebut memiliki kristalinitas tertinggi. Pada sampel hasil sintesis, kristalinitas semakin meningkat seiring dengan bertambahnya waktu kristalisasi yang ditandai dengan semakin tingginya intensitas. Sementara itu, pada rasio molar $\text{Na}_2\text{O}/\text{SiO}_2$ 0,04 kristalinitas sampel tidak meningkat seiring dengan penambahan waktu kristalisasi 24 jam. Hal ini telah dijelaskan oleh Barrer (1982) bahwa kristal yang lebih stabil akan terbentuk apabila berada pada kondisi suhu tinggi dan dalam sistem larutan silika amorf.

Oleh karena itu dimungkinkan sampel ZSM-5 pada waktu kristalisasi 48 jam dengan rasio molar $\text{Na}_2\text{O}/\text{SiO}_2$ 0,04 telah larut kembali dan mulai terbentuk kristal yang lebih stabil.

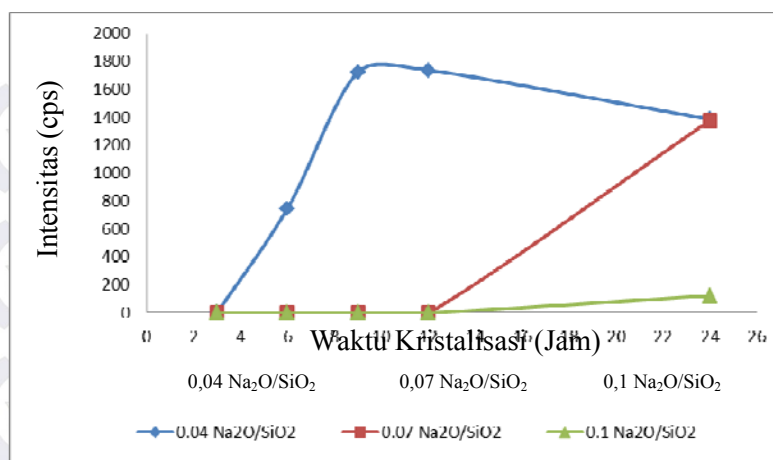
Kristalisasi dari sampel hasil sintesis tidak meningkat seiring dengan bertambahnya rasio molar $\text{Na}_2\text{O}/\text{SiO}_2$. Sementara itu, hasil yang dilaporkan oleh Ali, dkk. (2011) kristalinitas ZSM-5 meningkat dengan bertambahnya rasio molar $\text{Na}_2\text{O}/\text{SiO}_2$ dan kristalinitas menurun pada rasio molar $\text{Na}_2\text{O}/\text{SiO}_2$ yang terlalu tinggi. Diketahui bahwa sumber Na_2O yang digunakan pada penelitian ini adalah NaOH. Peningkatan Na_2O menyebabkan bertambahnya NaOH yang digunakan. NaOH selain berfungsi sebagai sumber alkali juga digunakan sebagai pengatur pH dalam reaksi (Deepesh dkk, 2013; Wang dkk., 2007a). Hal inilah yang menyebabkan terjadinya peningkatan pH pada komposisi Na_2O yang lebih besar. Sampel hasil sintesis dengan rasio molar $\text{Na}_2\text{O}/\text{SiO}_2$ sebesar 0,04 dengan pH 11 memiliki intensitas ZSM-5 yang tinggi, sedangkan rasio molar $\text{Na}_2\text{O}/\text{SiO}_2$ 0,07 dan 0,1 dengan pH 12 memiliki intensitas yang lebih rendah. Hasil ini sesuai dengan yang dilaporkan oleh Wang dkk. (2007a) bahwa puncak karakteristik ZSM-5 yang jelas muncul pada pH 11, sedangkan pada pH yang lebih tinggi, puncak ZSM-5 menjadi lebih rendah.

Tabel 4.4 menunjukkan fasa kristalin yang terbentuk pada komposisi rasio molar $\text{Na}_2\text{O}/\text{SiO}_2$ dan waktu kristalinitas yang berbeda. Kaolin masih ditemukan pada sampel hasil sintesis dengan rasio molar $\text{Na}_2\text{O}/\text{SiO}_2$ 0,04 pada waktu kristalisasi 3 jam dan pada rasio molar $\text{Na}_2\text{O}/\text{SiO}_2$ 0,07 dan 0,1 kaolin bertransformasi menjadi ZSM-5 setelah melalui proses kristalisasi selama 24 jam. Sementara itu, fasa analsim juga muncul pada rasio molar $\text{Na}_2\text{O}/\text{SiO}_2$ sebesar 0,07 dengan waktu kristalisasi 24 jam.

Tabel 4.4 Fasa kristalin pada komposisi rasio molar $\text{Na}_2\text{O}/\text{SiO}_2$ dan waktu kristalisasi yang berbeda.

No	Waktu Kristalisasi (jam)	Fasa		
		0,04 $\text{Na}_2\text{O}/\text{SiO}_2$	0,07 $\text{Na}_2\text{O}/\text{SiO}_2$	0,1 $\text{Na}_2\text{O}/\text{SiO}_2$
1.	3	Kaolin, Kristobalit, dan Kuarsa	Kaolin, Kristobalit, dan Kuarsa	Kaolin, Kristobalit, dan Kuarsa
2.	6	Kaolin, Kristobalit, Kuarsa, dan ZSM-5	Kaolin, Kristobalit, dan Kuarsa	Kaolin, Kristobalit, dan Kuarsa
3.	9	Kaolin, Kristobalit, Kuarsa, dan ZSM-5	Kaolin, Kristobalit, dan Kuarsa	Kaolin, Kristobalit, dan Kuarsa
4.	12	Kaolin, Kristobalit, Kuarsa, dan ZSM-5	Kaolin, Kristobalit, dan Kuarsa	Kaolin, Kristobalit, dan Kuarsa
5.	24	Kristobalit, Kuarsa, dan ZSM-5	Kuarsa, ZSM-5, dan Analsim	Kristobalit, Kuarsa, dan ZSM-5

Perubahan fasa yang terjadi dapat menunjukkan pembentukan ZSM-5 (Gambar 4.5). Grafik pembentukan ZSM-5 tersebut merupakan grafik hubungan antara waktu kristalisasi dengan intensitas ZSM-5 yang terbentuk pada masing-masing komposisi rasio molar $\text{Na}_2\text{O}/\text{SiO}_2$.



Gambar 4.5 Grafik pembentukan ZSM-5

Berdasarkan grafik pembentukan ZSM-5, dapat diketahui bahwa pada komposisi rasio molar $\text{Na}_2\text{O}/\text{SiO}_2$ 0,04 memiliki waktu induksi pembentukan ZSM-5 lebih pendek dibandingkan dengan rasio molar $\text{Na}_2\text{O}/\text{SiO}_2$ 0,07 dan 0,1. Hal ini ditandai dengan terbentuknya ZSM-5 pada waktu kristalisasi 6 jam dengan rasio molar $\text{Na}_2\text{O}/\text{SiO}_2$ 0,04 dan pada waktu kristalisasi 24 jam dengan rasio molar $\text{Na}_2\text{O}/\text{SiO}_2$ 0,07 dan 0,1. Intensitas kristal ZSM-5 pada rasio molar $\text{Na}_2\text{O}/\text{SiO}_2$ 0,07 lebih tinggi dibandingkan dengan $\text{Na}_2\text{O}/\text{SiO}_2$ 0,1, sehingga waktu induksi pembentukan ZSM-5 pada komposisi rasio molar $\text{Na}_2\text{O}/\text{SiO}_2$ 0,07 lebih cepat daripada $\text{Na}_2\text{O}/\text{SiO}_2$ 0,1. Hal ini mengindikasikan bahwa rasio molar $\text{Na}_2\text{O}/\text{SiO}_2$ sebesar 0,04 adalah variasi yang terbaik pada kisaran komposisi ini.

Peningkatan kadar NaOH yang digunakan, selain menyebabkan komposisi Na_2O meningkat juga menyebabkan ion OH^- meningkat. Peningkatan ion OH^- dapat memperpendek waktu induksi. Sementara itu, hasil yang didapatkan pada penelitian ini yaitu semakin meningkatnya ion OH^- waktu induksi semakin panjang. Hal ini dipengaruhi oleh tingkat kristalisasi dari sampel hasil sintesis yang didapatkan. Kristalinitas menurun seiring

dengan bertambahnya rasio molar $\text{Na}_2\text{O}/\text{SiO}_2$ yang disebabkan oleh pengaruh peningkatan pH. Oleh karena itu, waktu induksi menjadi semakin panjang dengan menurunnya tingkat kristalinitas (Byrappa dan Yoshimura, 2001). Berdasarkan penelitian ini, dapat disimpulkan bahwa Na_2O pada sintesis ZSM-5 dari kaolin Bangka dan abu sekam padi memberikan pengaruh terhadap peningkatan pH yang menyebabkan tingkat kristalinitas menjadi rendah dan waktu induksi pembentukan ZSM-5 menjadi semakin lama dengan bertambahnya rasio molar $\text{Na}_2\text{O}/\text{SiO}_2$.

4.2.2 Spektroskopi *Fourier Transform Infrared* (FTIR)

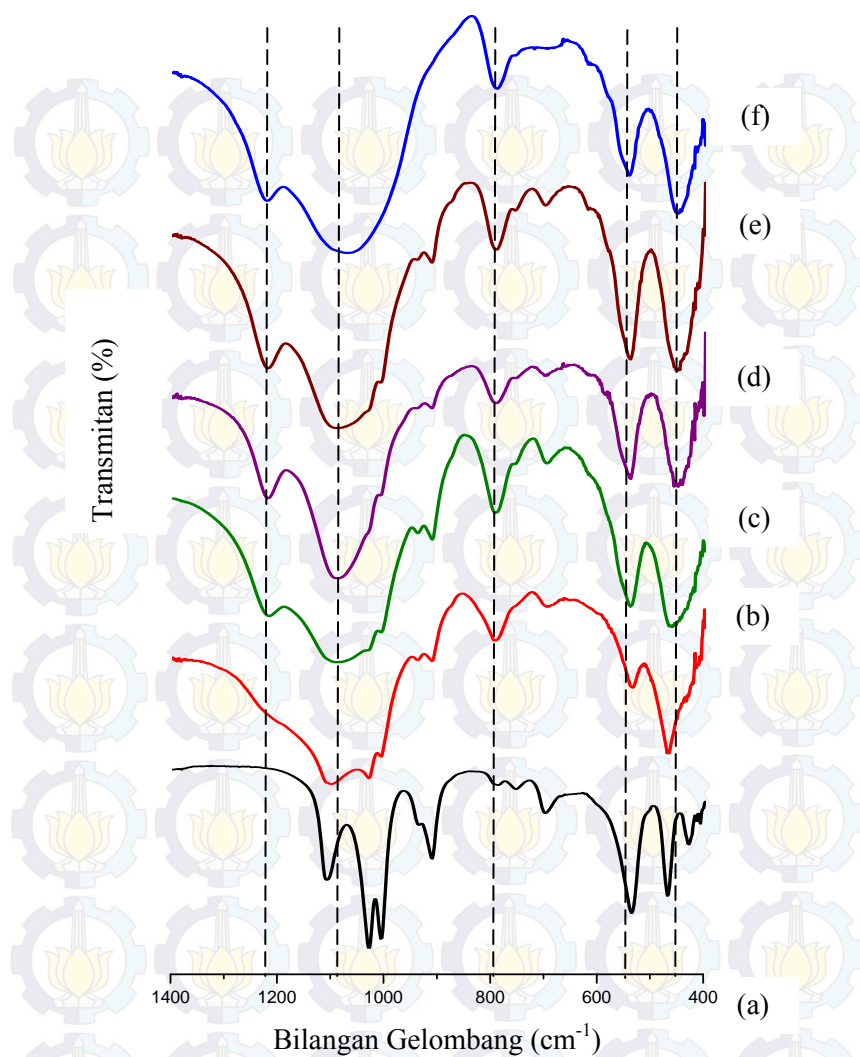
Fourier Transform Inframerah (FTIR) adalah salah satu karakterisasi terhadap padatan hasil sintesis yang menggunakan spektroskopi inframerah untuk mengetahui gugus fungsi dari padatan hasil sintesis tersebut. Gambar 4.6 menunjukkan spektra inframerah dari sampel kaolin dan sampel hasil sintesis dengan rasio molar $\text{Na}_2\text{O}/\text{SiO}_2$ 0,04 dengan variasi waktu kristalisasi.

Spektra inframerah dari kaolin (Gambar 4.6(a)) menunjukkan puncak pada bilangan gelombang 430, 470, 538, 700, 754, 788, 912, 1008, 1029, dan 1110 cm^{-1} . Menurut Chandrasekhar (1996) dalam laporannya, spektra inframerah kaolin muncul pada bilangan gelombang di daerah 540 cm^{-1} yang menunjukkan vibrasi dari ikatan Al-O pada $\text{Al}[\text{O}(\text{OH})]_6$; 789 cm^{-1} dan 914 cm^{-1} menunjukkan vibrasi ikatan (Al-O)-H pada $\text{Al}[\text{O}(\text{OH})]_6$; 430, 693, 752, 794, 1035, 1096, dan 1114 cm^{-1} menunjukkan vibrasi ikatan Si-O pada SiO_4 . Sementara itu, puncak-puncak khas dari kaolin juga dijelaskan oleh Alkan dkk. (2005) yaitu puncak pada bilangan gelombang 1115 cm^{-1} dan 1008 cm^{-1} menunjukkan vibrasi ulur dari ikatan Si-O; puncak pada 795 cm^{-1} dan 755 cm^{-1} menunjukkan vibrasi ikatan Si-O-Si; puncak 755 cm^{-1} dan 697 cm^{-1} menunjukkan vibrasi ikatan Al-O-H; serta puncak pada 469 cm^{-1} dan 429 cm^{-1} menunjukkan vibrasi dari Si-O.

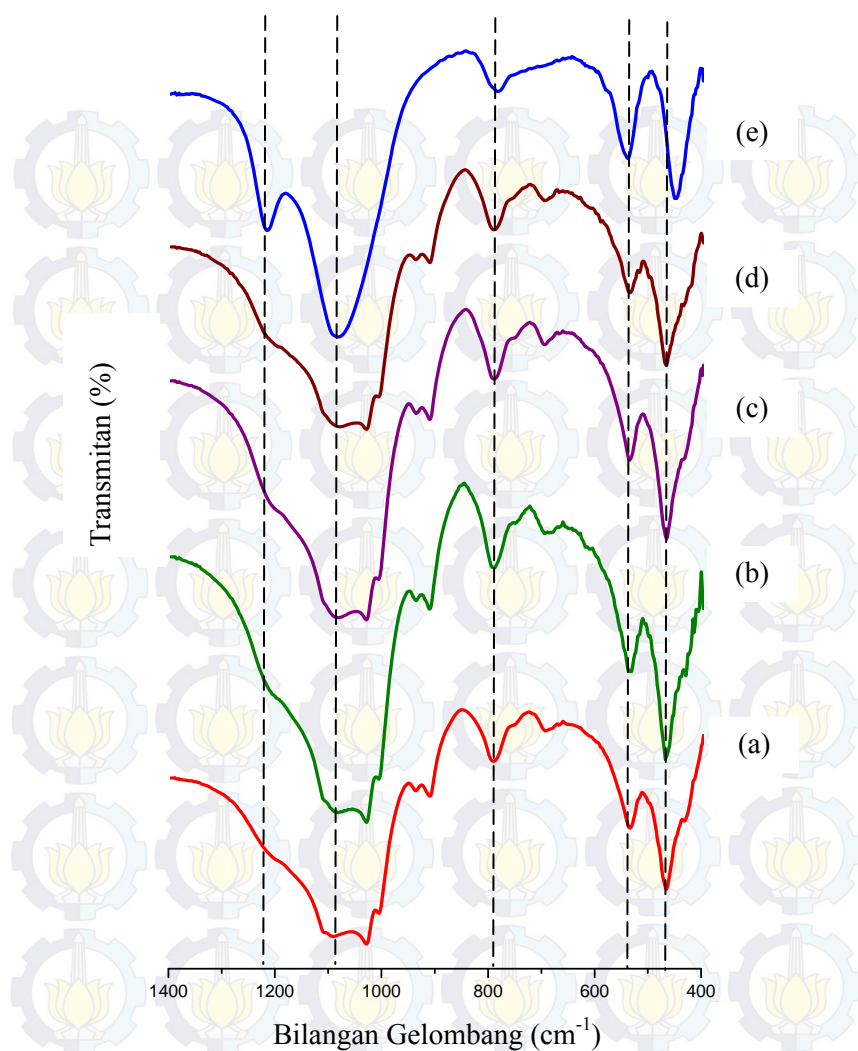
Spektra inframerah pada Gambar 4.6 (c-f) menunjukkan lima puncak pada bilangan gelombang sekitar 450, 541, 791,

1087, dan 1220 cm^{-1} . Berdasarkan penelitian sebelumnya, ZSM-5 memiliki lima puncak spesifik yaitu pada bilangan gelombang sekitar 1221 cm^{-1} dan 1101 cm^{-1} yang dihasilkan dari vibrasi ulur asimetri ikatan T-O-T; 796 cm^{-1} dari vibrasi ulur simetri ikatan T-O-T; 546 cm^{-1} menunjukkan vibrasi dari *framework* pada cincin pentasil yang merupakan karakteristik dari struktur zeolit tipe MFI; dan 450 cm^{-1} dari vibrasi tekuk ikatan T-O-T, dimana T adalah atom Si atau Al (Armaroli dkk., 2006).

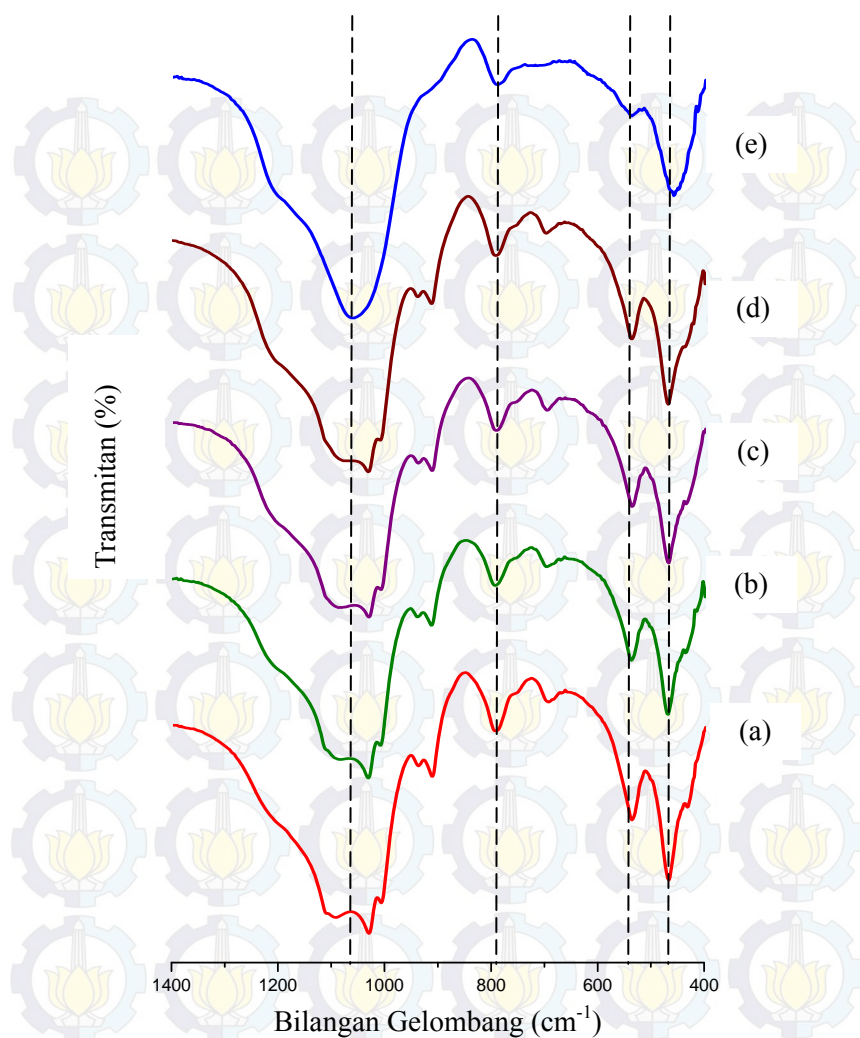
Pada sampel hasil sintesis dengan rasio molar $\text{Na}_2\text{O}/\text{SiO}_2$ 0,07 (Gambar 4.7), telah terbentuk ZSM-5 pada waktu kristalisasi 24 jam. Hal ini ditandai dengan munculnya puncak spektra inframerah pada bilangan gelombang sekitar 449, 541, 784, 1085, dan 1218 cm^{-1} . Sementara itu, pada waktu kristalisasi 3, 6, 9, dan 12 jam masih terdapat kaolin yang ditunjukkan oleh puncak pada bilangan gelombang sekitar 912 cm^{-1} . Sampel hasil sintesis dengan rasio molar $\text{Na}_2\text{O}/\text{SiO}_2$ 0,1 dan waktu kristalisasi 24 jam masih berada pada tahap awal pembentukan ZSM-5 yang ditunjukkan pada Gambar 4.8(e) dimana puncak khas ZSM-5 muncul pada bilangan gelombang sekitar 459, 538, 790, dan 1062 cm^{-1} dan puncak pada bilangan gelombang sekitar 1218 cm^{-1} tidak muncul. Puncak pada bilangan gelombang sekitar 1219 cm^{-1} merupakan puncak sensitif yang menunjukkan struktur ZSM-5 (Cheng dkk., 2005). Menurut Ali (2003) puncak yang muncul disekitar 543 cm^{-1} dan 1219 cm^{-1} merupakan puncak yang membedakan antara ZSM-5 dengan zeolit yang lain karena adanya vibrasi struktur MFI. Hal inilah yang mengindikasikan bahwa ZSM-5 dengan rasio molar $\text{Na}_2\text{O}/\text{SiO}_2$ 0,1 mulai terbentuk pada waktu kristalisasi 24 jam. Hasil ini sesuai dengan pola XRD yang menunjukkan puncak dengan intensitas kecil pada 2θ sekitar $7,7^\circ$; $8,7^\circ$; dan $23,09^\circ$. Puncak-puncak sampel ZSM-5 dengan rasio molar $\text{Na}_2\text{O}/\text{SiO}_2$ 0,04; 0,07; dan 0,1 ditunjukkan pada Tabel 4.5.



Gambar 4.6 Spektra inframerah sampel (a) kaolin Bangka, hasil sintesis dengan rasio molar $\text{Na}_2\text{O}/\text{SiO}_2$ 0,04 dengan waktu kristalisasi (b) 3 jam, (c) 6 jam, (d) 9 jam, (e) 12 jam, (f) 24 jam.



Gambar 4.7 Spektra inframerah sampel hasil sintesis dengan rasio molar $\text{Na}_2\text{O}/\text{SiO}_2$ 0,07 dengan waktu kristalisasi (a) 3 jam, (b) 6 jam, (c) 9 jam, (d) 12 jam, dan (e) 24 jam.

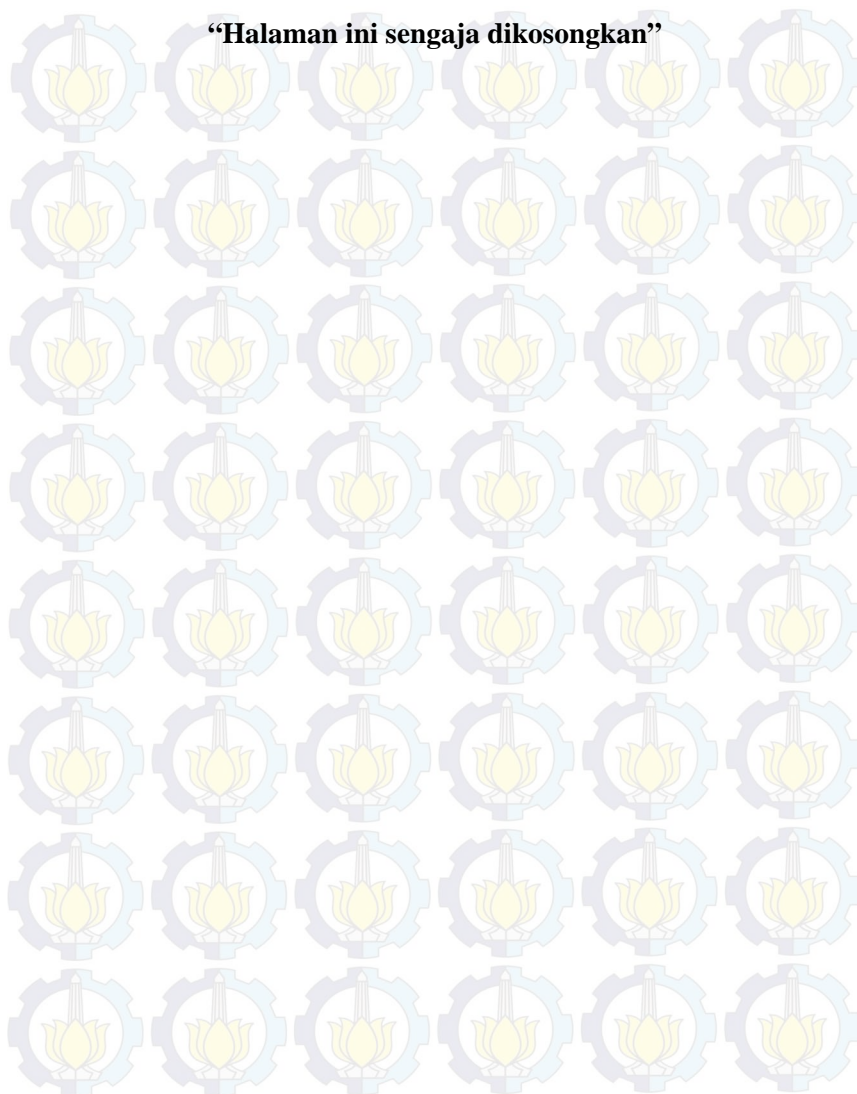


Gambar 4.8 Spektra inframerah sampel hasil sintesis dengan rasio molar $\text{Na}_2\text{O}/\text{SiO}_2$ 0,1 dengan waktu kristalisasi (a) 3 jam, (b) 6 jam, (c) 9 jam, (d) 12 jam, dan (e) 24 jam.

Tabel 4.5 Bilangan gelombang (cm^{-1}) spektra inframerah sampel hasil sintesis dengan rasio $\text{Na}_2\text{O}/\text{SiO}_2$ 0,04; 0,07; dan 0,1.

Sampel (Ratio $\text{Na}_2\text{O}/\text{SiO}_2$)		Vibrasi Ulur Asimetri		Vibrasi Ulur Simetri	Struktur Pentasil	Vibrasi Tekuk T-O-T
0,04	3 Jam	-	-	796	536	467
	6 Jam	1218	1091	794	540	467
	9 Jam	1221	1087	790	540	450
	12 Jam	1220	1087	791	541	450
	24 Jam	1222	1070	789	541	450
0,07	3 Jam	-	1095	794	538	468
	6 Jam	-	1085	796	540	470
	9 Jam	-	1087	792	538	468
	12 Jam	-	1081	792	538	468
	24 Jam	1218	1085	784	541	449
0,1	3 Jam	-	1093	794	538	468
	6 Jam	-	1081	794	538	468
	9 Jam	-	1083	792	538	468
	12 Jam	-	1031	792	538	468
	24 Jam	-	1062	790	538	459

“Halaman ini sengaja dikosongkan”



BAB V

KESIMPULAN

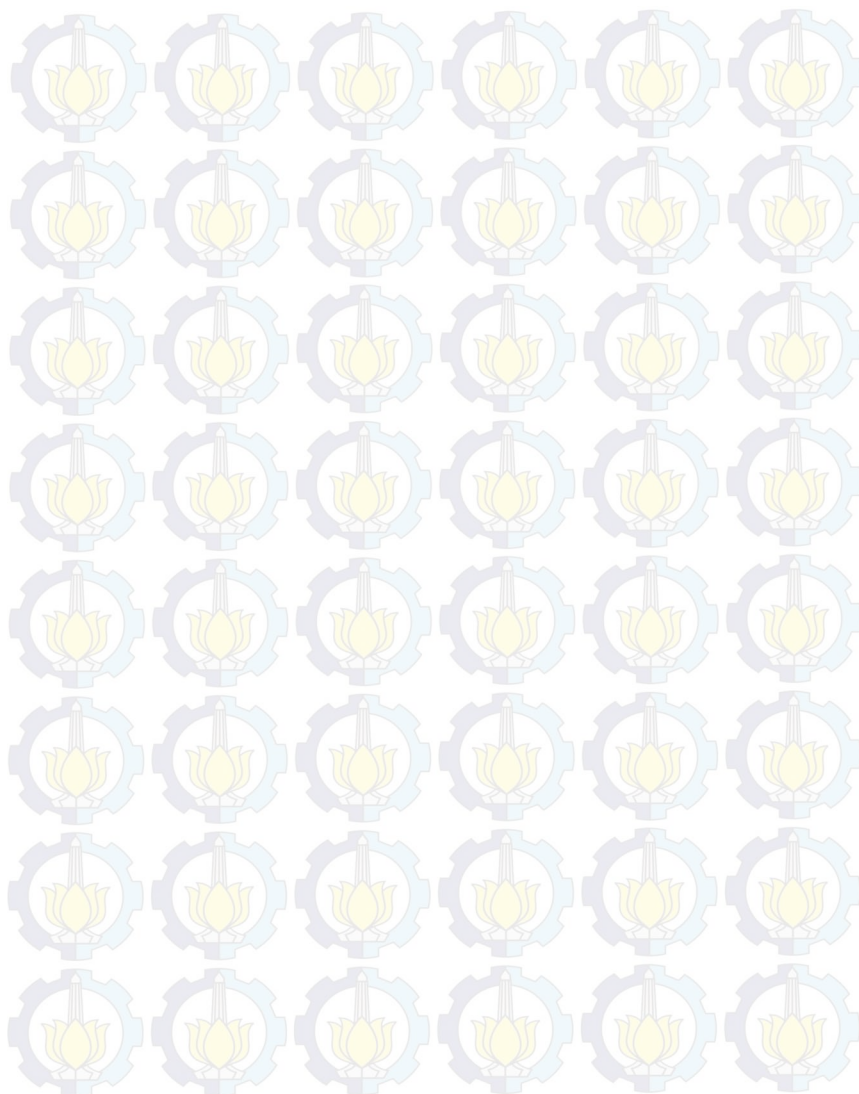
5.1 Kesimpulan

Berdasarkan hasil yang didapatkan dari penelitian yang telah dilakukan, maka dapat disimpulkan bahwa komposisi Na_2O memberikan pengaruh terhadap tingkat kristalinitas dan waktu induksi pembentukan ZSM-5 pada sintesis ZSM-5. Waktu induksi yang paling pendek didapatkan pada rasio molar $\text{Na}_2\text{O}/\text{SiO}_2$ sebesar 0,04 dengan tingkat kristalinitas paling tinggi. Tingkat kristalinitas semakin rendah dengan meningkatnya rasio molar $\text{Na}_2\text{O}/\text{SiO}_2$ yang menyebabkan waktu induksi pembentukan ZSM-5 menjadi semakin lama.

5.2 Saran

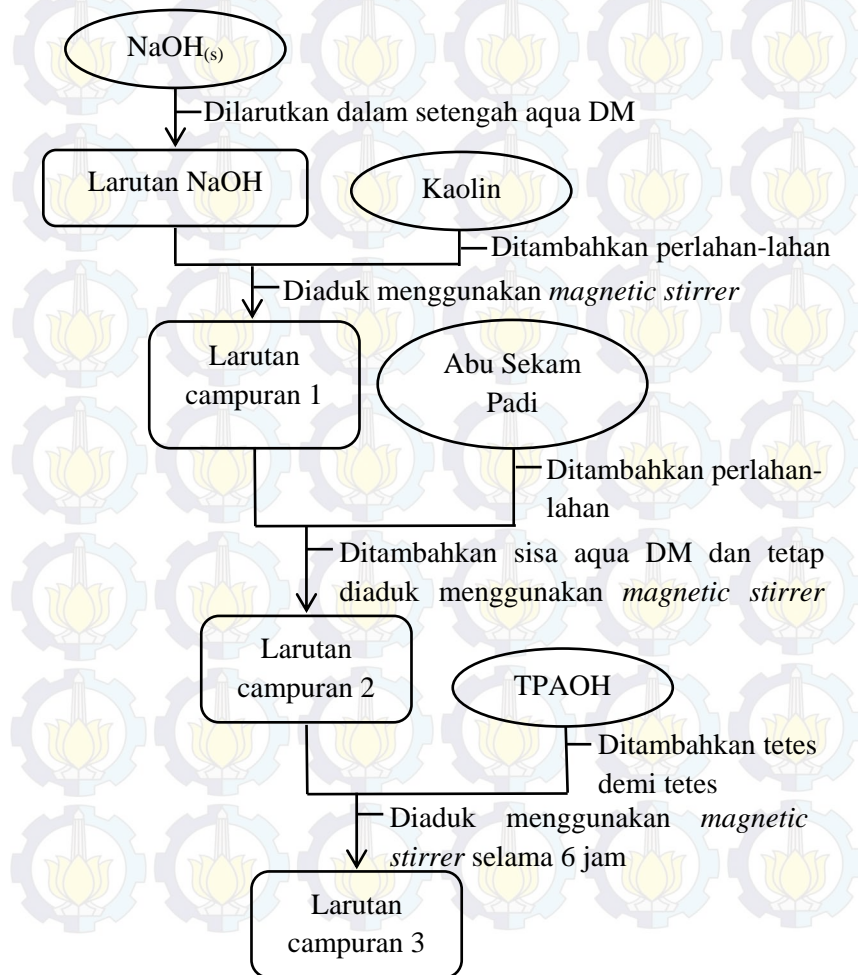
Perlu dilakukan penelitian lanjutan dengan variasi rasio molar $\text{Na}_2\text{O}/\text{SiO}_2$ yang lebih rendah ($< 0,04$) agar dapat mengetahui pengaruhnya terhadap pembentukan ZSM-5 dan agar menghasilkan kristalinitas ZSM-5 yang lebih tinggi. Sumber Na_2O yang digunakan untuk meneliti pengaruh komposisi Na_2O pada sintesis ZSM-5 sebaiknya adalah NaCl karena tidak mengandung ion OH^- yang dapat mempengaruhi peningkatan pH dan kemudian berpengaruh terhadap kristalinitas ZSM-5.

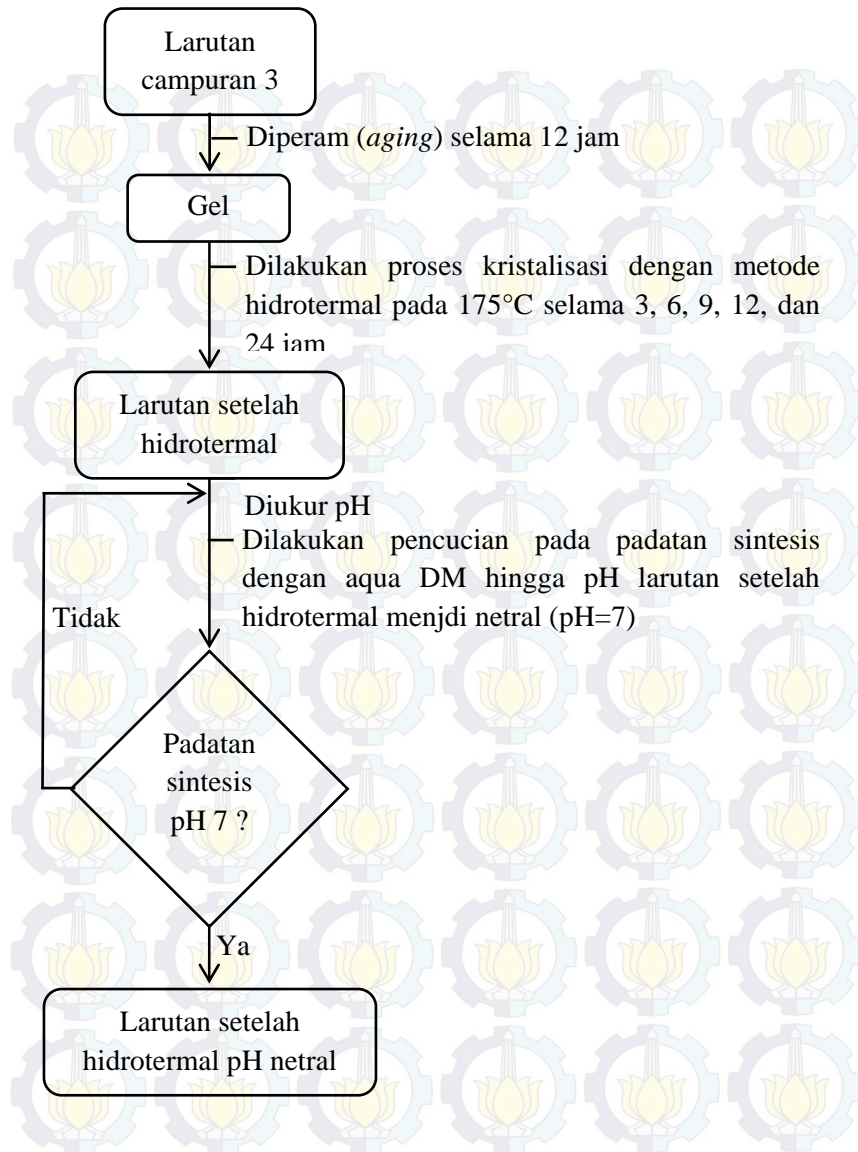
“Halaman ini sengaja dikosongkan”

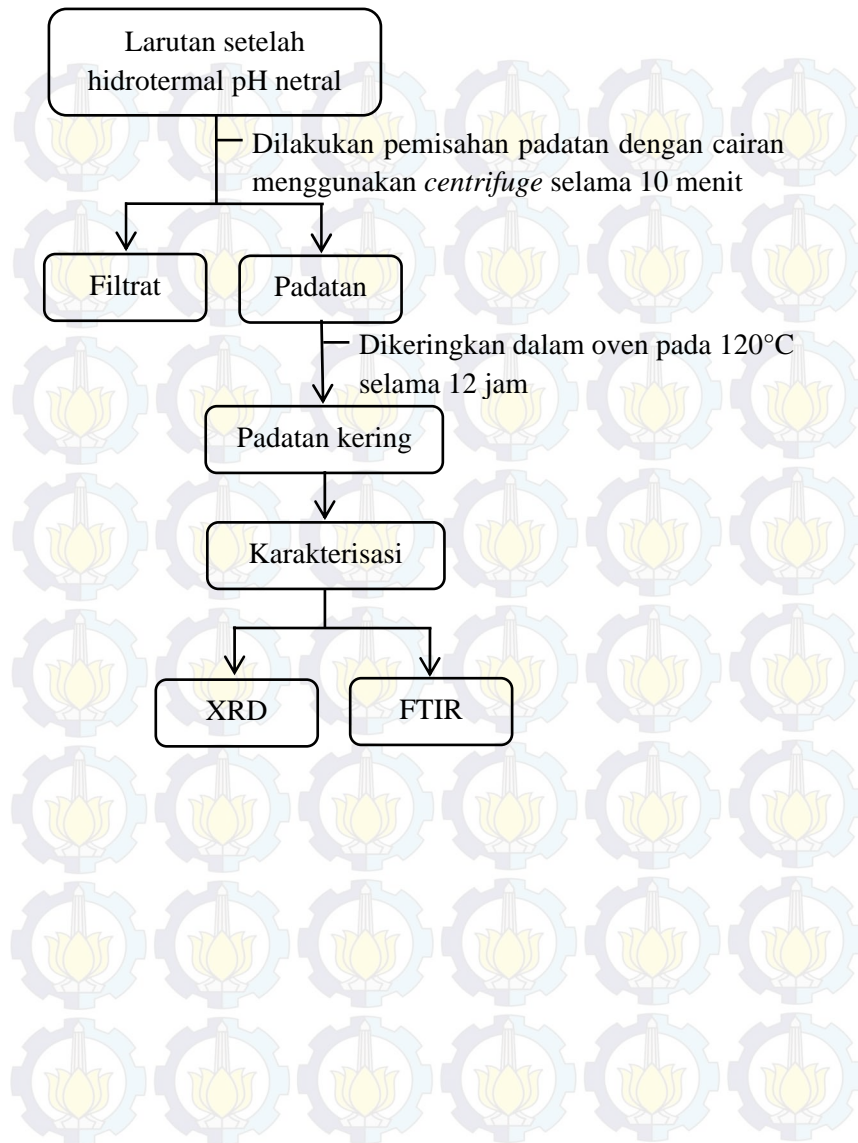


LAMPIRAN

Lampiran 1 Sintesis ZSM-5



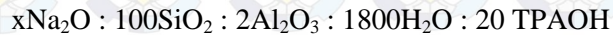




Lampiran 2

Perhitungan Komposisi Molar Larutan Sintesis ZSM-5

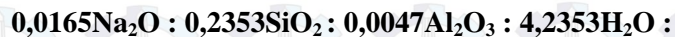
- **Komposisi Molar Bahan**



Dimana x adalah variasi mol dari Na_2O yaitu 4, 7, dan 10 mol. Penelitian ini dilakukan dengan menggunakan skala laboratorium, maka komposisi molar dibagi dengan 250 untuk 4 dan 10 mol dan untuk 7 mol komposisi bahan dibagi 425 agar lebih efisien. Sehingga komposisi molar bahan adalah:



(untuk rasio molar $\text{Na}_2\text{O}/\text{SiO}_2$ 0,04)



(untuk rasio molar $\text{Na}_2\text{O}/\text{SiO}_2$ 0,1)

- **Massa Kaolin Bangka**

➤ Massa Al_2O_3 yang dibutuhkan :

$$0,008 \text{ mol} \times 101,96 \text{ g/mol} = 0,8157 \text{ g}$$

➤ Massa kaolin Bangka yang dibutuhkan :

% Al_2O_3 dalam kaolin adalah 22%

$$\frac{0,8157 \text{ g}}{22 \%} = 0,8157 \text{ g} \times \frac{100}{22} = 3,7077 \text{ g}$$

- **Massa Abu Sekam Padi**

➤ Massa SiO_2 yang dibutuhkan :

$$0,4 \text{ mol} \times 60,08 \text{ g/mol} = 24,032 \text{ g}$$

➤ Massa SiO_2 dalam kaolin Bangka :

% SiO_2 dalam kaolin Bangka adalah 47%

$$47\% \times 3,7077 \text{ g} = 1,7426 \text{ g}$$

➤ Massa SiO_2 yang kurang :

$$\text{Massa total } \text{SiO}_2 - \text{massa } \text{SiO}_2 \text{ dalam kaolin} = 22,2894 \text{ g}$$

- Massa abu sekam yang dibutuhkan :
%SiO₂ dalam abu sekam padi adalah 94%

$$\frac{22,2894 \text{ g}}{94\%} = 22,2894 \text{ g} \times \frac{100}{94,22} = 23,7121 \text{ g}$$

- **Massa TPAOH**

$$0,08 \text{ mol} \times 203,37 \text{ g/mol} = 16,2696 \text{ g}$$

- **Massa H₂O**

- Massa H₂O yang dibutuhkan :

$$7,2 \text{ mol} \times 18 \text{ g/mol} = 129,6 \text{ g}$$

- Massa H₂O dalam TPAOH :

$$\% \text{H}_2\text{O} \text{ dalam TPAOH adalah } 60\%$$

$$60\% \times 16,2696 \text{ g} = 9,7618 \text{ g}$$

- Massa H₂O yang perlu ditambahkan :

$$\text{Massa total H}_2\text{O} - \text{massa H}_2\text{O dalam TPAOH} = 119,8382 \text{ g}$$

- **Massa NaOH**

- Massa NaOH yang diperlukan :

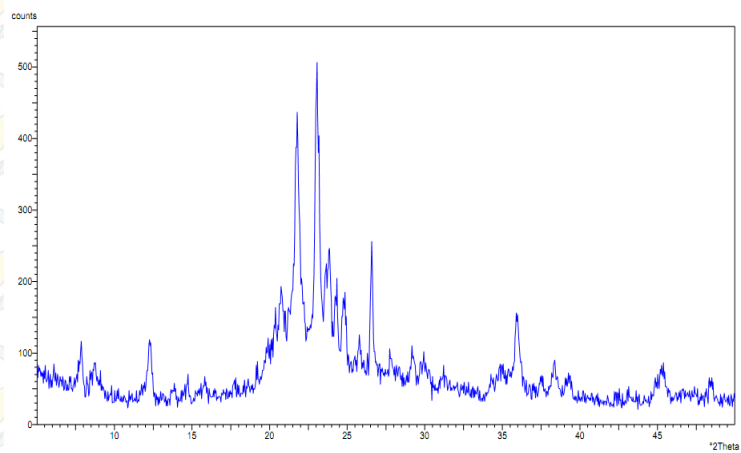
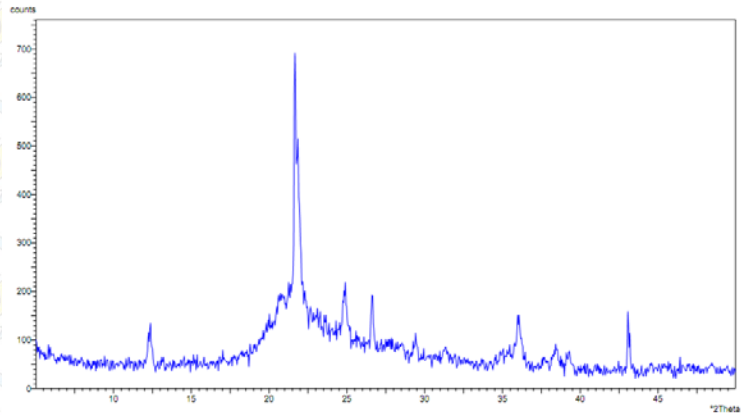
$$0,016 \text{ mol} \times 2 \times 40 \text{ g/mol} = 1,28 \text{ g}$$

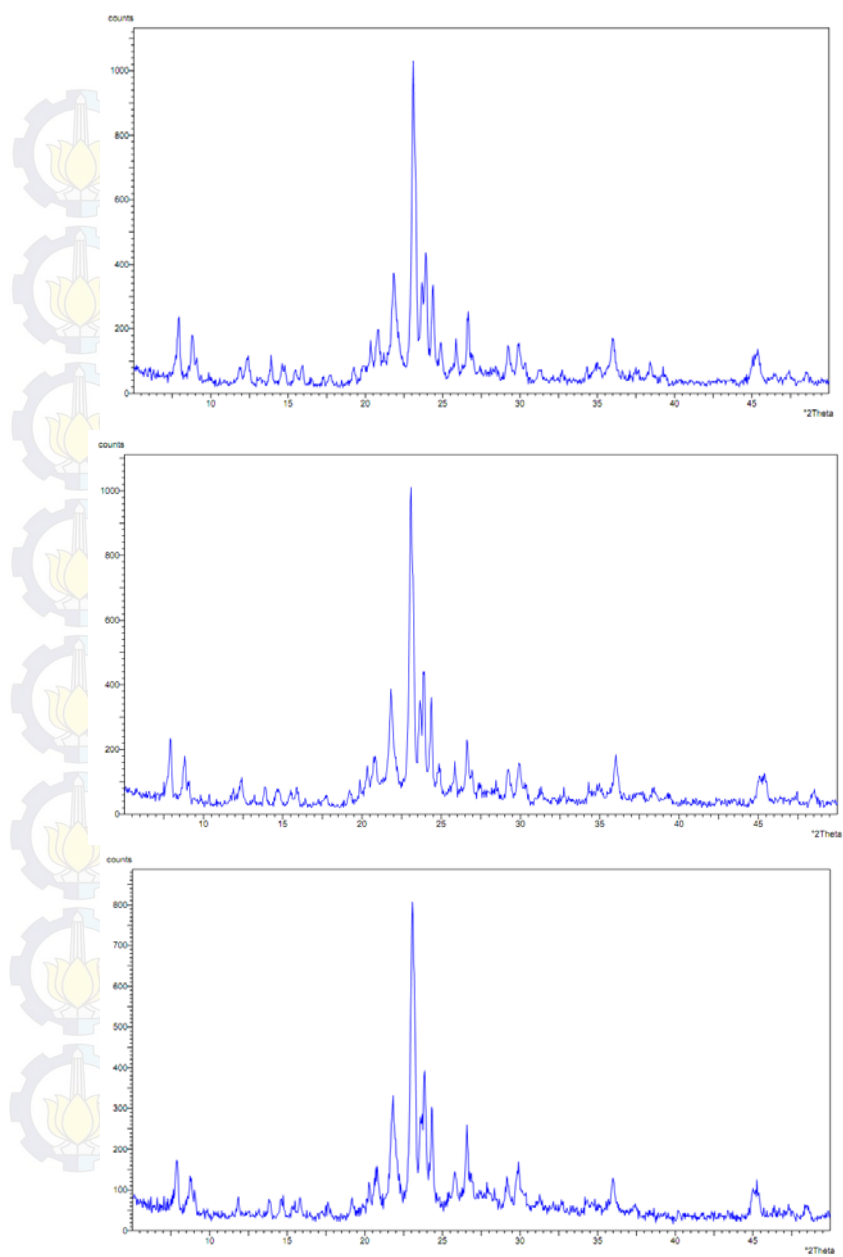
- **Total jumlah bahan yang masuk ke dalam autoclave**

Bahan	4 mol Na ₂ O	7 mol Na ₂ O	10 mol Na ₂ O
Kaolin	3,7077 g	2,1728 g	3,7077 g
Abu sekam padi	23,7121 g	13,95 g	23,7121 g
TPAOH	16,2696 g	9,5787 g	16,2696 g
H ₂ O	119,8382 g	70,4882 g	119,8382 g
NaOH	1,28 g	1,32 g	3,2 g
Total	164,8076 g	97,5097 g	166,7276 g

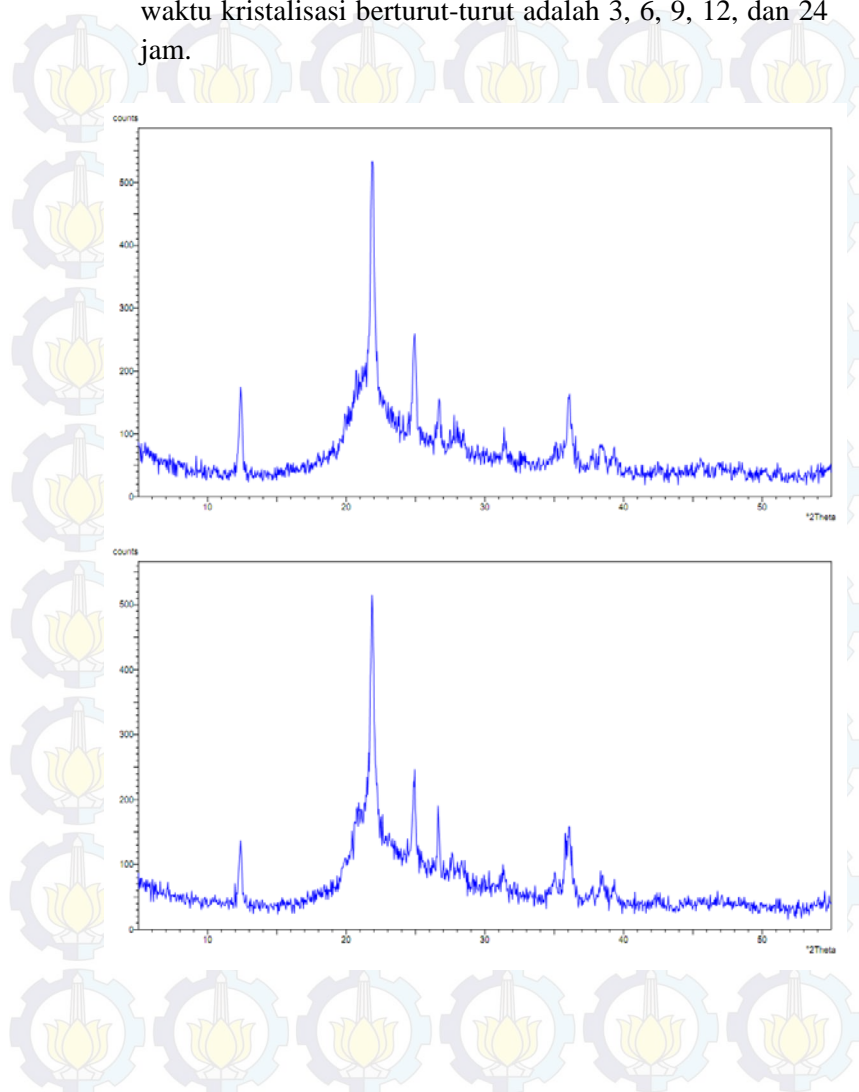
Lampiran 3**Data Karakterisasi****1. Data XRD**

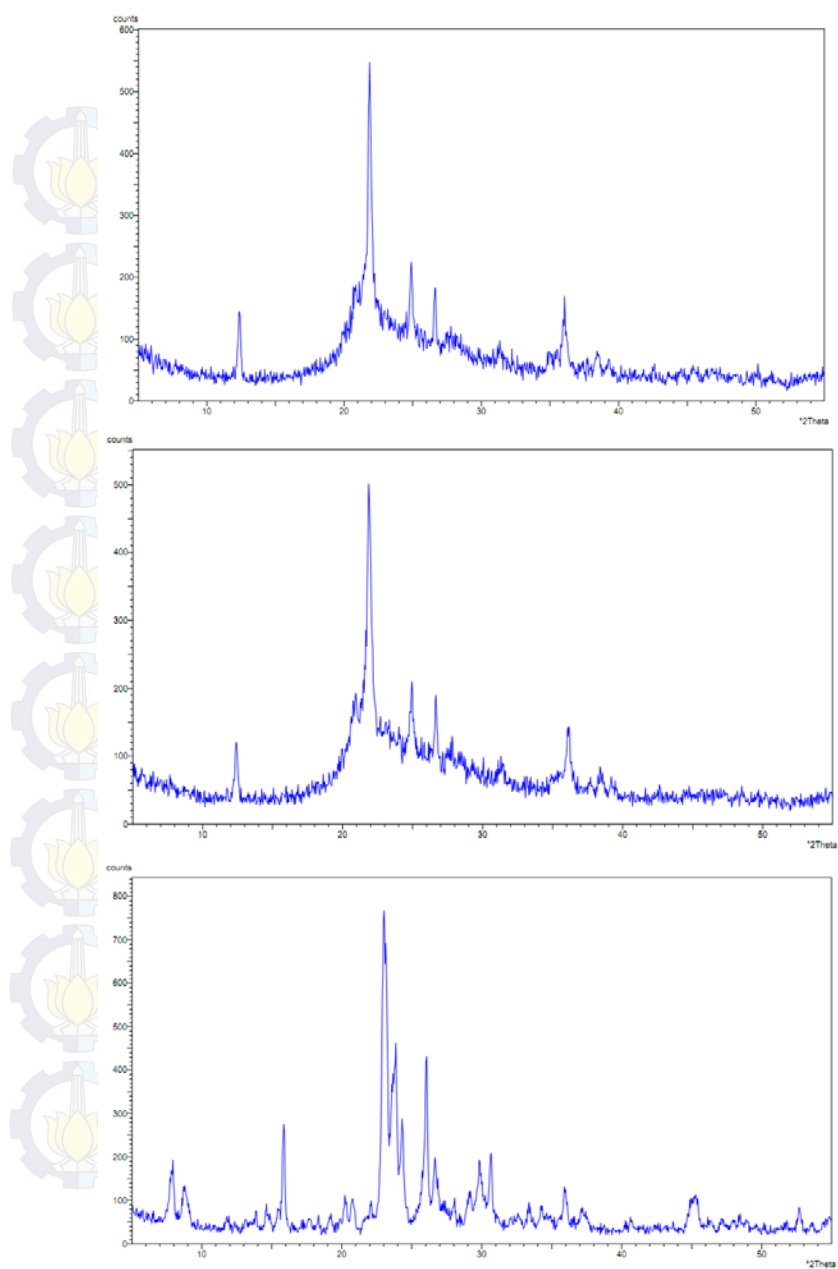
- a. Komposisi rasio molar $\text{Na}_2\text{O}/\text{SiO}_2$ sebesar 0,04 dengan waktu kristalisasi berturut-turut adalah 3, 6, 9, 12, dan 24 jam.



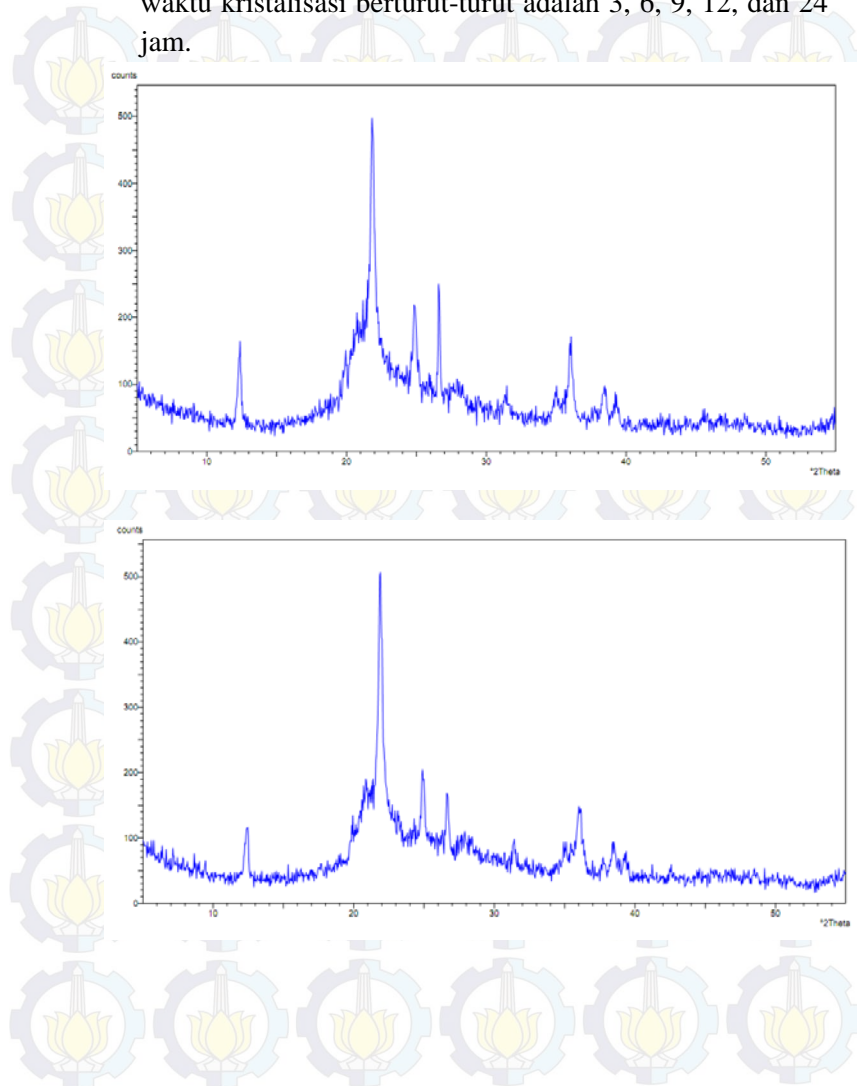


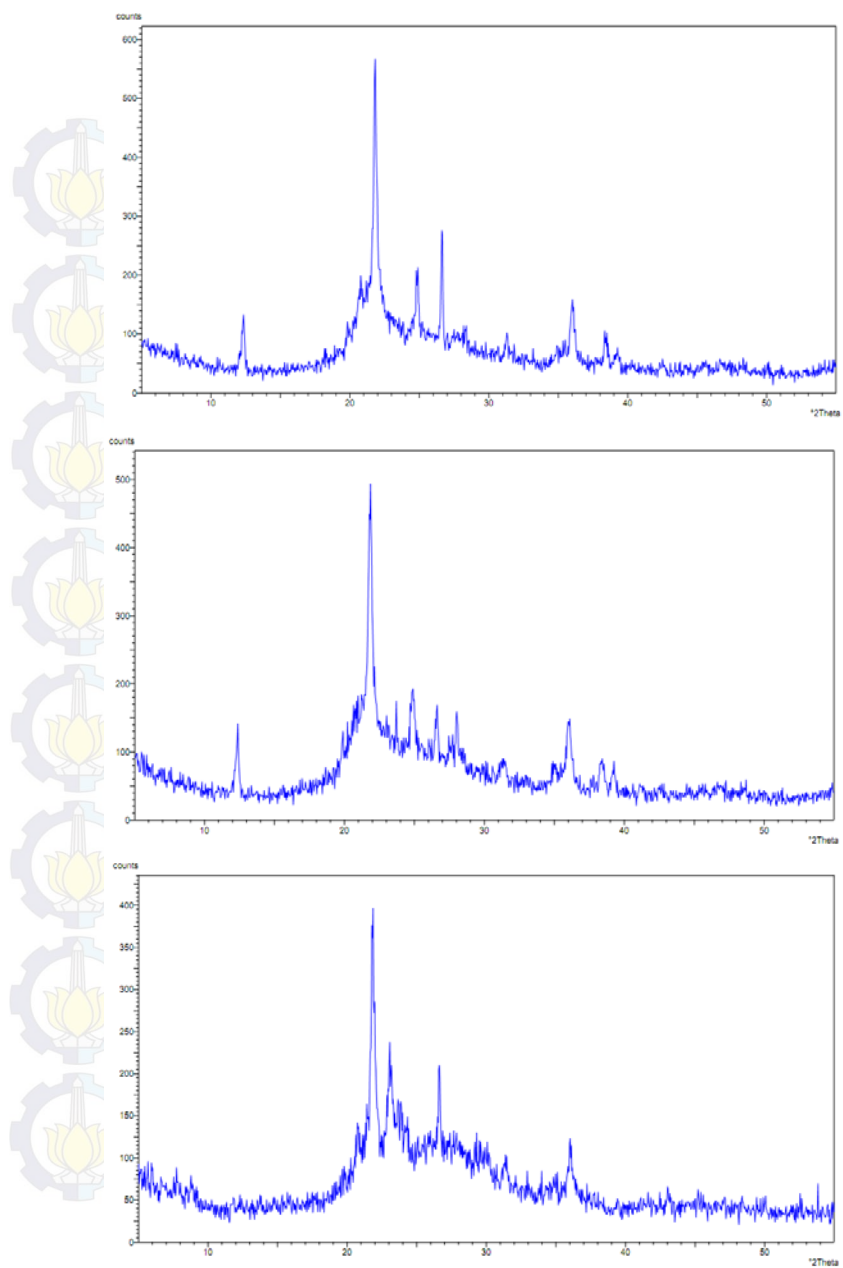
- b. Komposisi rasio molar $\text{Na}_2\text{O}/\text{SiO}_2$ sebesar 0,07 dengan waktu kristalisasi berturut-turut adalah 3, 6, 9, 12, dan 24 jam.





- c. Komposisi rasio molar $\text{Na}_2\text{O}/\text{SiO}_2$ sebesar 0,1 dengan waktu kristalisasi berturut-turut adalah 3, 6, 9, 12, dan 24 jam.

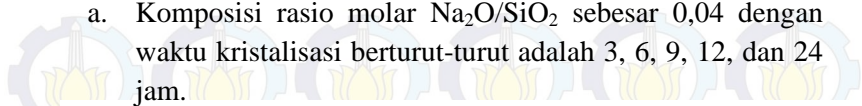




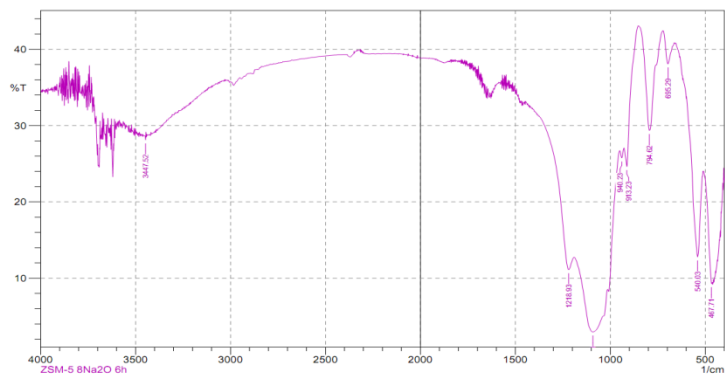
a. Komposisi rasio molar $\text{Na}_2\text{O}/\text{SiO}_2$ sebesar 0,04 dengan waktu kristalisasi berturut-turut adalah 3, 6, 9, 12, dan 24 jam.

- a. Komposisi rasio molar $\text{Na}_2\text{O}/\text{SiO}_2$ sebesar 0,04 dengan waktu kristalisasi berturut-turut adalah 3, 6, 9, 12, dan 24 jam.

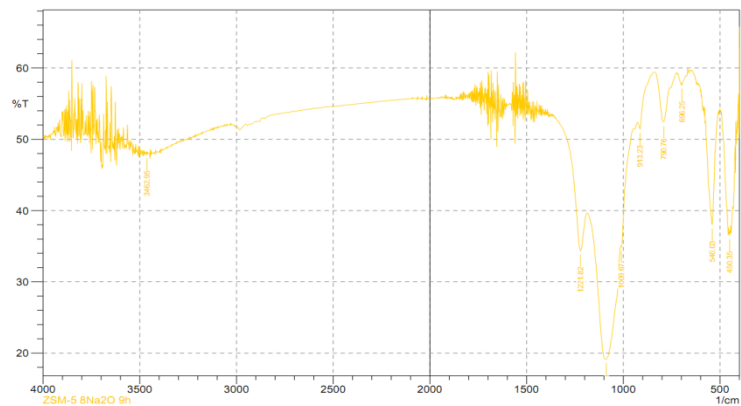
a. Komposisi rasio molar $\text{Na}_2\text{O}/\text{SiO}_2$ sebesar 0,04 dengan waktu kristalisasi berturut-turut adalah 3, 6, 9, 12, dan 24 jam.



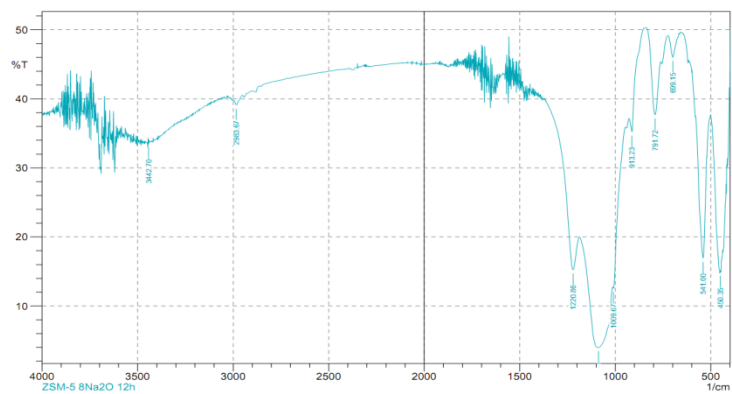
a. Komposisi rasio molar $\text{Na}_2\text{O}/\text{SiO}_2$ sebesar 0,04 dengan waktu kristalisasi berturut-turut adalah 3, 6, 9, 12, dan 24 jam.



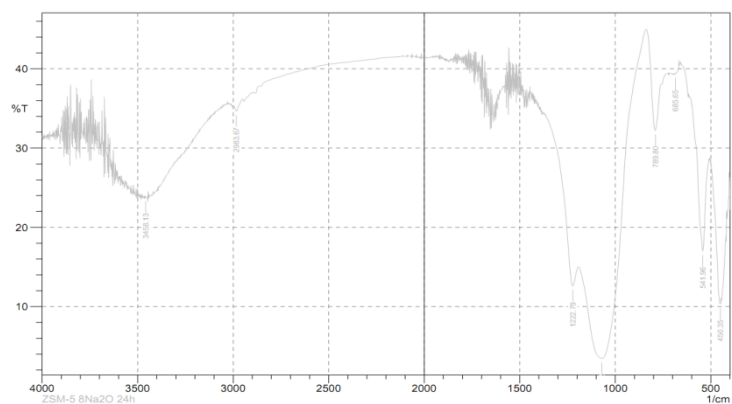
	Peak	Intensity	Corr. Intensity	Base (H)	Base (L)	Area	Corr. Area
1	467.71	9.292	1.363	509.17	463.85	35.86	0.27
2	540.03	12.784	14.237	597.89	513.03	58.396	11.879
3	695.29	38.095	0.209	697.22	673.11	9.818	0.024
4	794.62	29.361	10.56	850.55	759.9	40.405	4.755
5	913.23	24.636	5.581	927.7	854.41	34.69	1.257
6	940.23	25.754	1.128	950.84	928.66	12.854	0.205
7	1091.63	2.96	4.816	1190	1037.63	191.859	24.963
8	1218.93	11.117	4.46	1373.22	1190.96	124.984	4.016
9	3447.52	28.134	0.916	3454.27	3445.59	4.718	0.042



	Peak	Intensity	Corr. Intensity	Base (H)	Base (L)	Area	Corr. Area
1	450.35	36.515	0.576	452.28	448.42	1.675	0.013
2	540.03	38.01	2.953	543.89	525.57	6.981	0.345
3	696.25	57.634	0.285	697.22	677.93	4.517	0.01
4	790.76	52.404	0.335	792.69	759.9	8.582	0.015
5	913.23	51.42	2.388	926.73	876.59	13.24	0.203
6	1009.67	34.884	0.849	1012.56	948.91	22.23	0.07
7	1087.78	19.136	0.419	1089.71	1013.52	46.439	1.891
8	1221.82	34.335	8.694	1286.43	1189.03	38.202	3.796
9	3462.95	47.847	0.404	3464.88	3460.06	1.535	0.009

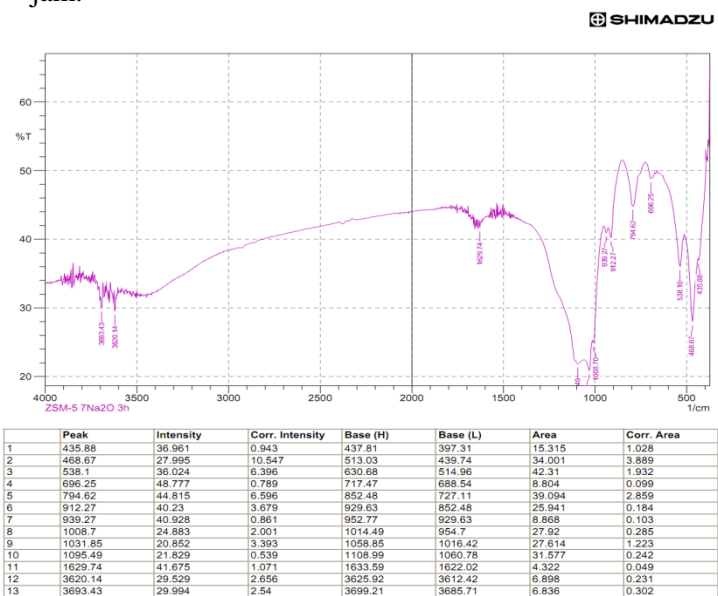


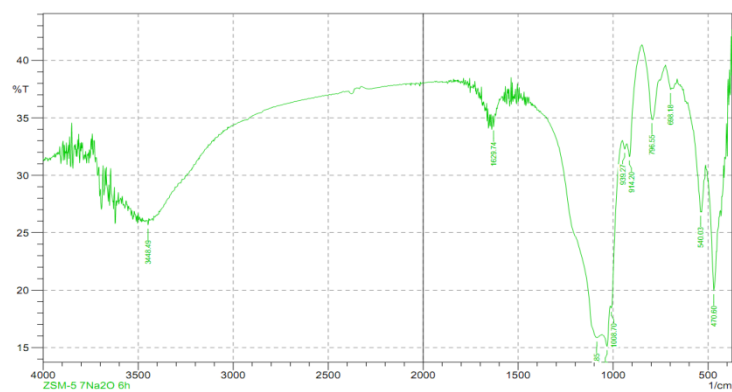
	Peak	Intensity	Corr. Intensity	Base (H)	Base (L)	Area	Corr. Area
1	450.35	14.916	0.124	451.31	448.42	2.38	0.003
2	541	16.93	16.342	578.6	522.67	34.666	8.549
3	689.15	46.046	3.007	724.22	673.11	16.463	0.652
4	791.72	37.698	9.552	837.05	763.76	26.752	3.237
5	913.23	35.215	4.536	928.66	850.55	28.49	0.036
6	1009.67	12.541	1.544	1013.52	946.98	40.549	0.279



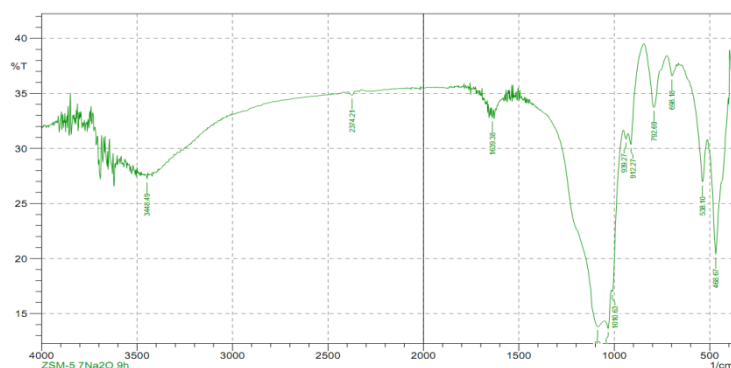
	Peak	Intensity	Corr. Intensity	Base (H)	Base (L)	Area	Corr. Area
1	450.35	10.329	1.99	500.49	446.49	40.863	1.127
2	541.96	17.002	12.586	579.57	510.14	44.37	7.704
3	685.65	39.337	0.127	687.58	683.72	1.56	0.002
4	789.8	32.227	8.463	837.05	760.87	32.769	3.567
5	1070.42	3.446	0.185	1071.38	839.94	171.383	0.742
6	1222.79	12.595	5.907	1352.97	1192.89	105.368	4.918
7	2983.67	34.646	0.802	2993.32	2951.85	18.735	0.188
8	3458.13	23.791	0.049	3461.02	3457.16	2.401	0.001

- b. Komposisi rasio molar $\text{Na}_2\text{O}/\text{SiO}_2$ sebesar 0,07 dengan waktu kristalisasi berturut-turut adalah 3, 6, 9, 12, dan 24 jam.

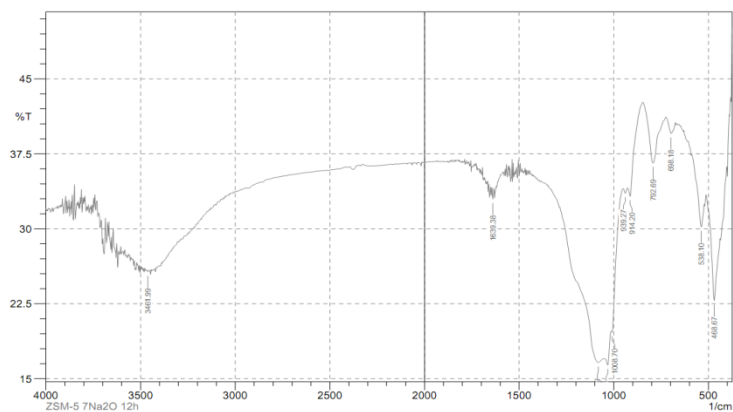




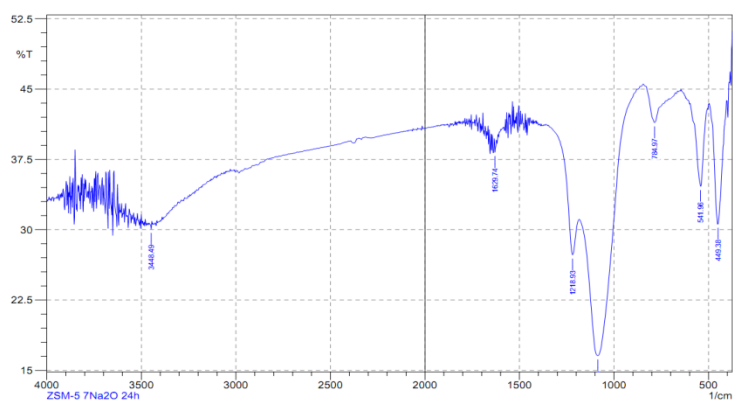
	Peak	Intensity	Corr. Intensity	Base (H)	Base (L)	Area	Corr. Area
1	470.6	19.966	8.148	513.03	443.6	41.795	3.907
2	540.03	26.795	4.131	607.54	522.87	42.782	1.564
3	698.18	37.473	0.467	725.18	692.4	13.632	0.07
4	796.55	34.86	0.253	848.62	794.62	22.333	-0.368
5	914.2	31.609	2.606	927.7	848.62	34.331	0.004
6	939.27	32.269	0.622	950.84	927.7	11.267	0.09
7	1008.7	18.442	1.532	1014.49	952.77	35.676	0.262
8	1031.85	15.102	2.539	1056.92	1016.42	32.007	1.211
9	1085.85	15.847	0.065	1087.78	1074.28	10.776	0.016
10	1629.74	34.227	1.021	1633.59	1622.02	5.297	0.061
11	3448.49	25.672	0.49	3452.34	3444.63	4.524	0.031



	Peak	Intensity	Corr. Intensity	Base (H)	Base (L)	Area	Corr. Area
1	468.67	20.392	11.772	511.1	405.02	60.847	9.064
2	538.1	26.958	5.131	646.11	513.03	64.2	2.103
3	698.18	36.59	1.43	725.18	673.11	22.248	0.385
4	792.69	33.733	5.325	844.76	725.18	52.025	3.103
5	912.27	30.366	2.51	927.7	844.76	37.419	-0.181
6	939.27	30.861	0.639	952.77	927.7	12.68	0.105
7	1010.63	17.014	1.041	1014.49	952.77	37.088	0.248
8	1031.85	13.643	2.154	1049.2	1016.42	27.286	0.954
9	1087.78	13.822	2.821	1346.22	1051.13	193.247	3.052
10	1639.38	32.776	0.872	1643.24	1633.59	4.63	0.066
11	2374.21	34.843	0.331	2393.5	2360.71	14.963	0.082
12	3448.49	27.234	0.522	3460.06	3444.63	8.64	0.044



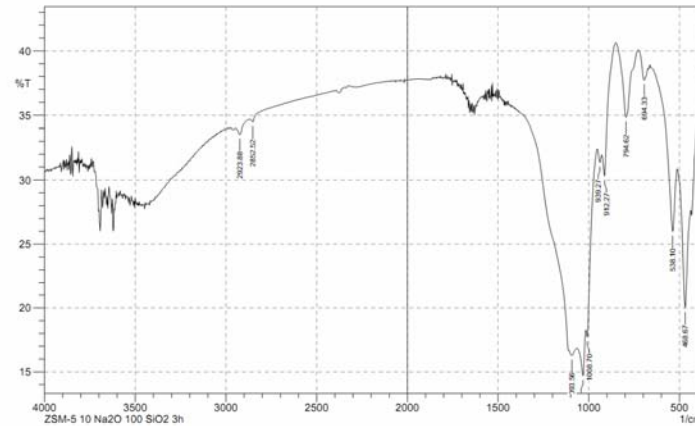
	Peak	Intensity	Corr. Intensity	Base (H)	Base (L)	Area	Corr. Area
1	468.67	22.815	7.55	497.6	439.74	33.355	3.343
2	538.1	30.189	3.455	588.25	522.87	31.197	1.21
3	698.18	39.533	0.636	725.18	688.54	14.494	0.103
4	792.69	36.581	5.42	846.69	725.18	48.884	2.985
5	914.2	33.252	2.272	927.7	846.69	33.839	-0.07
6	939.27	33.547	0.522	950.84	927.7	10.896	0.072
7	1008.7	10.644	0.07	1012.56	950.84	34.206	0.136



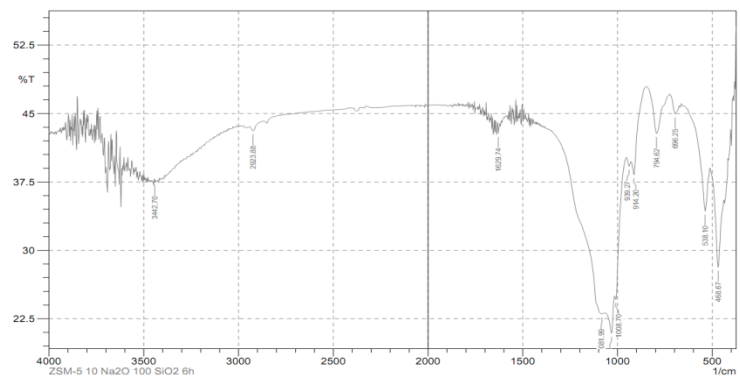
	Peak	Intensity	Corr. Intensity	Base (H)	Base (L)	Area	Corr. Area
1	449.38	30.609	0.564	451.31	405.02	20.252	0.057
2	541.96	34.639	8.529	597.89	505.31	37.546	3.821
3	784.97	41.428	2.96	833.19	738.69	34.655	1.329
4	1085.85	16.568	19.013	1184.21	877.55	165.637	35.246
5	1218.93	27.326	5.822	1346.22	1186.14	72.576	2.664
6	1629.74	38.264	1.413	1633.59	1622.02	4.734	0.085
7	3448.49	30.067	0.809	3460.06	3444.63	7.95	0.065

- c. Komposisi rasio molar $\text{Na}_2\text{O}/\text{SiO}_2$ sebesar 0,1 dengan waktu kristalisasi berturut-turut adalah 3, 6, 9, 12, dan 24 jam.

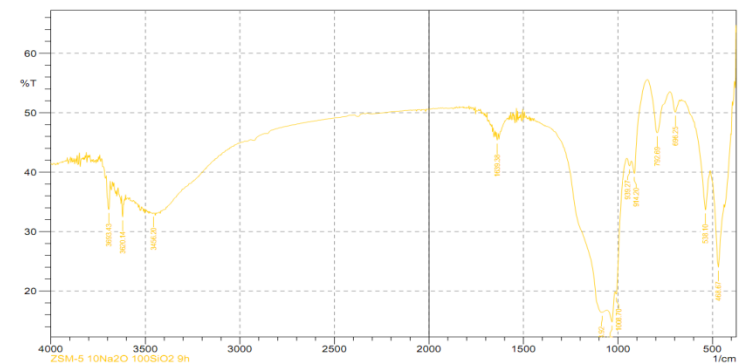
SHIMADZU



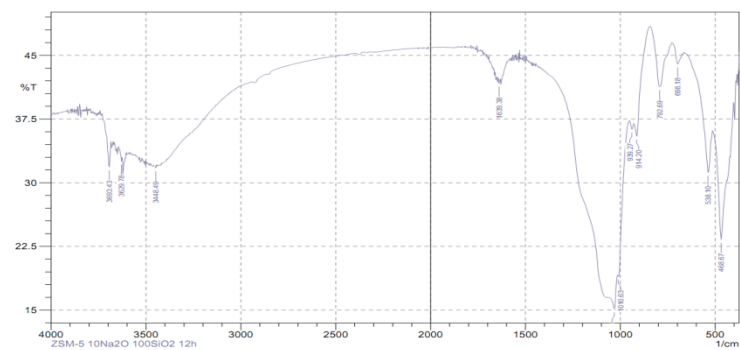
	Peak	Intensity	Corr. Intensity	Base (H)	Base (L)	Area	Corr. Area
1	468.67	20.001	8.906	511.1	439.74	42.53	4.3
2	538.1	25.978	6.276	655.75	513.03	68.019	2.741
3	694.33	37.718	0.563	727.11	688.54	15.837	0.066
4	794.62	34.841	5.549	850.55	727.11	51.732	3.096
5	912.27	30.314	3.552	929.63	850.55	35.238	0.193
6	939.27	31.359	0.794	952.77	929.63	11.518	0.125
7	1008.7	17.709	1.863	1014.49	954.7	35.356	0.358
8	1031.85	14.686	3.127	1064.63	1016.42	38.087	1.872
9	1093.56	16.283	0.456	1108.99	1066.56	33.165	0.255
10	2852.52	34.474	0.351	2866.02	2806.23	27.304	0.045
11	2923.88	33.53	0.643	2943.17	2871.81	33.307	0.17



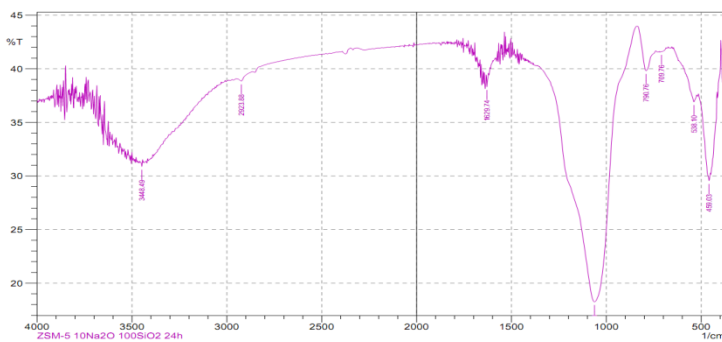
	Peak	Intensity	Corr. Intensity	Base (H)	Base (L)	Area	Corr. Area
1	468.67	28.141	8.789	511.1	439.74	33.842	3.172
2	538.1	34.297	6.17	590.18	513.03	31.97	2.249
3	696.25	44.95	1.468	717.47	673.11	15.128	0.33
4	794.62	42.816	4.79	848.62	725.18	42.014	2.166
5	914.2	38.296	3.017	929.63	848.62	29.25	0.097
6	939.27	39.226	0.71	952.77	929.63	9.308	0.091
7	1008.7	24.603	1.848	1014.49	954.7	28.492	0.244
8	1031.85	20.894	3.591	1072.35	1016.42	36.063	1.479
9	1081.99	23.031	0.806	1345.22	1072.35	131.216	0.75
10	1629.74	42.831	1.182	1633.59	1622.02	4.185	0.058
11	2923.88	43.1	0.616	2941.24	2871.81	24.983	0.138
12	3442.7	37.59	0.194	3444.63	3440.77	1.635	0.004



	Peak	Intensity	Corr. Intensity	Base (H)	Base (L)	Area	Corr. Area
1	468.67	23.999	12.848	511.1	439.74	35.777	5.128
2	538.1	33.647	9.041	597.89	513.03	33.171	3.068
3	696.25	50.083	2.677	725.18	673.11	14.952	0.522
4	792.69	46.626	8.068	844.76	725.18	34.73	3.257
5	914.2	39.78	4.583	929.63	844.76	26.749	-0.114
6	939.27	41.042	1.022	952.77	929.63	8.816	0.121
7	1008.7	19.481	2.556	1014.49	954.7	29.7	0.341
8	1031.85	14.772	3.936	1056.92	1016.42	31.608	1.783
9	1083.92	16.413	0.041	1085.85	1058.85	21.046	0.012
10	1639.38	45.381	1.241	1645.17	1633.59	3.898	0.083
11	3456.2	33.098	0.033	3458.13	3452.34	2.777	0.001
12	3620.14	32.461	2.726	3625.92	3616.28	4.548	0.189
13	3693.43	33.71	5.107	3706.93	3685.71	9.493	0.803



Peak	Intensity	Corr. Intensity	Base (H)	Base (L)	Area	Corr. Area
1	468.67	23.306	9.101	513.03	441.67	38.051
2	538.1	31.206	6.593	630.68	514.96	48.266
3	698.18	43.985	1.823	727.11	673.11	18.7
4	792.69	41.289	6.297	844.76	727.11	41.02
5	914.2	35.482	3.568	929.63	844.76	31.83
6	939.27	36.303	0.812	952.77	929.63	10.06
7	1010.63	18.962	1.306	1014.49	952.77	33.26
8	1031.85	15.13	2.958	1056.92	1016.42	31.77
9	1639.38	41.696	0.599	1643.24	1633.59	3.644
10	3448.49	31.749	0.324	3454.27	3444.63	4.783
11	3629.78	32.511	0.748	3639.43	3625.92	6.465
12	3693.43	31.832	3.579	3732	3685.71	20.999



Peak	Intensity	Corr. Intensity	Base (H)	Base (L)	Area	Corr. Area
1	459.03	29.554	7.881	514.96	418.52	46.373
2	538.1	36.914	1.113	574.75	524.6	21.192
3	709.76	41.597	0.028	711.68	698.25	5.872
4	790.76	39.815	2.726	837.05	754.12	31.783
5	1062.7	18.256	24.094	1352.01	838.98	263.437
6	1629.74	38.323	1.166	1633.59	1622.02	4.728
7	2923.88	38.845	0.377	2941.24	2879.52	25.086
8	3448.49	30.881	0.543	3454.27	3444.63	4.882

DAFTAR PUSTAKA

- Ajayi, A., Atta, A., Aderemi, B., dan Adefila, S. (2010), "Novel Method Of Metakaolin Dealumination-Preliminary Investigation", *Journal of Applied Science Research*, Vol. 6, Hal. 1539-1546.
- Ali, M. (2003), "Synthesis, Characterization and Catalytic Activity of ZSM-5 Zeolites Having Variable Silicon-to-Aluminium Ratios", *Applied Catalysis*, Vol. 252, Hal. 149-162.
- Ali, I. O., Hassan, A. M., Shaaban, S. M., dan Soliman, K. S. (2011), "Synthesis and Characterization of ZSM-5 Zeolite From Rice Husk Ash and Their Absorption of Pb^{2+} Onto Unmodified and Surfactant-Modified Zeolite", *Separation and Purification Technology*, Vol. 83, Hal. 38-44.
- Alkan, M., Hopa, C., Yilmas, Z., dan Guler, H. (2005), "The Effect of Alkali Concentration and Solid/Liquid Ratio on The Hydrothermal Synthesis of Zeolites NaA from Natural Kaolinite", *Microporous and Mesoporous Materials*, Vol. 86, Hal. 176-184.
- Armaroli, T., Simon, L., Digne, M., Montanari, T., Bevilacqua, M., Valtchev, V., dkk. (2006), "Effect of Crystal Sized and Si/Al Ratio on The Surface Prperties of H-ZSM-5 Zeolites". *Applied Catalysis A: General*, Vol. 306, Hal. 78-84.
- Atta, A., Jibril, B., aderemi, B., dan Adefila, S. (2012), "Preparation of Analcime from Local Kaolin and Rice Husk Ash". *Applied Clay Science*, Vol. 61, Hal. 8-13.
- Barrer, R. (1982), *Hydrothermal Chemistry of Zeolite*, Academic Press, London.
- Bekkum, H., Flanigen, E., dan Jansen, J. (1991), *Introduction to Zeolite Science and Practice*, Elsevier, Netherland.
- Breck, D. (1974), *Zeolite Molecular Sieves: Structure, Chemistry, and Use*, John Wiley, New York.

- Bruice, P. (2001), *Organic Chemistry*, Prentice Hall International, Inc., New Jersey.
- Byrappa, K. dan Yoshimura, M. (2001), *Handbook of Hydrothermal Technology, A Technology for Crystal Growth and Materials Processing*, William Andrew Publishing, New York.
- Cejka, J., Bekkum, H. V., Corma, A., dan Schueth, F. (2007), *Introduction to Zeolite Science and Practice 3rd Revised Edition*, Elsevier, Amsterdam.
- Chandrasekhar, S. (1996), "Influence of Metakaolinization Temperature on the Formation of Zeolite 4A from Kaolin", *Clay Minerals*, Vol. 31, Hal. 253-261.
- Chandrasekhar, S. dan Premada, S. (1999), "Investigation on Synthesis of Zeolite NaX From Kerala Kaolin", *Journal of Porous Materials*, Vol. 6, Hal. 283-297.
- Chareonpanich, M., Namto, T., Kongkachuichay, P., dan Limtrakul, J. (2004), "Synthesis of ZSM-5 Zeolite From Lignite Fly Ash and Rice Husk Ash", *Fuel Processing Technology*, Vol. 85, Hal. 1623-1634.
- Cheetam, D. A. (1992), *Solid State Compound*, Oxford university press, New York.
- Cheng, H., Liu, Q., Yang, J., Ma, S., dan Frost, R. L. (2012), "The Thermal Behavior of Kaolinite Intercalation Complexes-A Review", *Thermochimica Acta*, Vol. 545, Hal. 1-13.
- Cheng, Y., Wang, L.-J., Li, J.-S., Yang, Y.-C., dan Sun, X.-Y. (2005), "Preparation and Characterization of Nanosized ZSM-5 Zeolites in the Absence of Organic Template", *Material Letter*, Vol. 59, Hal. 3427-3430.
- Christophe, J. (2003), *Nanoparticles in Zeolite Synthesis*, Disertasi, Technische Universiteit Eindhoven.
- Cullity, B. (1956), *Elements of X-Ray Diffraction*. Addison-Wesley Publishing Company, Inc., United States of America.

- Cundy, S. dan Cox, A. (2005), "The Hydrothermal Synthesis of Zeolites: Precursors, Intermediates, and Reaction Mechanism", *Microporous and Mesoporous Materials*, Vol. 82, Hal. 1-78.
- Deepesh, B., Radha, T., Purnima, K. S., Yogesh, G., dan Pankaj, S. (2013), "Hydrothermal Synthesis and Characterization of Zeolite: Effect of Crystallization Temperature", *Research Journal of Chemical Sciences*, Vol. 3, No. 9, Hal. 1-4.
- Douglas, B., McDaniel, D., dan Alexander, J. (1994), *Concepts and Models of Inorganic Chemistry*, 3rd Edition, John Wiley & Sons Inc., USA.
- Duan, A., Wan, G., Zhang, Y., Zhao, Z., Jiang, G., dan Liu, J. (2011), "Synthesis of Micro/Mesoporous Beta Zeolite From Kaolin Clay and Catalytic Performance For Hydrodesulfurization of Diesel", *Catalysis Today*, Vol. 175, Hal. 485-493.
- Erdem, A. dan Sand, L. (1979), "Crystallization and Metastable Phase Transformations of Zeolite ZSM-5 in the $(\text{TPA})_2\text{O}-\text{Na}_2\text{O}-\text{K}_2\text{O}-\text{Al}_2\text{O}_3-\text{SiO}_2-\text{H}_2\text{O}$ System", *Journal of Catalysis*, Vol. 60, Hal. 241-256.
- Feng, H., Li, C., dan Shan, H. (2009), "In-Situ Synthesis and Catalytic Activity of ZSM-5 Zeolite", *Applied Clay Science*, Vol. 42, Hal. 439-445.
- Flanigen. (1981), *Synthesis of Nanoparticles*, Springer, Boston.
- Gates, B. (1992), *Catalytic Chemistry*, John Wiley & Sons, Inc., New York.
- Georgiev, Dimitar, Bogdan B., Krasimira A., Irena M., dan Yancho H. (2009), "Synthetic-Structure, Classification, Current Trends in zeolite Synthesis", *Review, Technical Studies, Bulgaria*.
- Ghamami, M. dan Sand, L. (1983), "Zeolite, synthesis and crystal growth of zeolite NH_4 , TPA-ZSM-5", *Zeolites*, Vol. 3, Hal. 155-162.
- Houssin, C. J. (2003), *Nanoparticles in Zeolite Synthesis*, Technische Universiteit Eindhoven, Eindhoven.

- Johnson, E. dan Arshad, S. E. (2014), "Hydrothermally Synthesized Zeolites Based an Kaolinite: A Review", *Applied Clay Science*, Vol. 97-98, Hal. 215-221.
- Jun, J. W., Ahmed, I., Kim, C.-U., Jeong, K.-E., Jeong, S.-Y., dan Jhung, S. H. (2013), "Synthesis of ZSM-5 Zeolites Using Hexamethylene Imine as A Template: Effect Of Microwave Aging", *Catalysis Today*, Vol. 232, Hal. 108-113.
- Kahraman, S., Önal, M., Sarikaya, Y., dan Bozdoğan, I. (2005), "Characterization of Silica Polymorps in Kaolin by X-ray Diffraction Before and After Phosphoric Acid Digestion and Thermal Treatment". *Analytical Chimica Acta*, Vol. 552, Hal. 201-206.
- Kakali, G., Perrak, T., Tsvilis, S., dan Badogiannis, E. (2001), "Thermal treatment of Kaolin: The effect of mineralogy on the puzzolanic activity", *Applied Clay Science*, Vol. 20, Hal. 73-80.
- Karimi, R., Bayati, B., Aghdam, N., Ejtemaee, M., dan Babaluo, A. (2012), "Studies of the Effect of Synthesis Parameters on ZSM-5 Nanocrystalline Material During Template-Hidrothermal Synthesis in the Presence of Chelating Agent", *Powder Technology*, Vol. 229, Hal. 229-236.
- Kim, D. J. dan Chung, H. S. (2003), "Synthesis and Characterization of ZSM-5 Zeolite from Serpentine", *Applied Clay Science*, Vol. 24, Hal. 69-77.
- Kordatos, K., Gavela, S., Ntiouni, A., Pistiolas, K. N., Kyritsi, A., dan Kasselouri-Rigopoulou, V. (2008), "Synthesis of Highly Siliceous ZSM-5 Zeolite Using Silica From Rice Husk Ash", *Microporous adn Mesoporous Materials*, Vol. 115, Hal. 189-196.
- Kulkarni, S., Shiralkar, V., Kotasthane, A., Borade, R., dan Ratnasamy, P. (1982), "Studies in the synthesis of ZSM-5 zeolites", *Zeolites*, Vol. 2, Hal. 313-318.
- Laksono, A. dan Prasetyoko, D. (2007), "Abu Sekam Padi Sebagai Sumber Silika Pada Sintesis Zeolit ZSM-5 Tanpa

- Menggunakan Templat Organik". *Akta Kimindo*, Vol. 3, No. 1, 33-36.
- Lidyawati. (2012), *Studi Reaksi O-Metilasi Eugenol dengan Metanol Menggunakan Katalis Zeolit KNAX*, UI Press, Depok.
- Loiola, A. R., Andrade, J. R., Sasaki, J. M., dan Silva, L. d. (2010), "Structural Analysis of Zeolite Naa Synthesized by A Cost-Effective Hydrothermal Method Using Kaolin and Its Use as Water Softener", *Journal of Colloid and Interface Science*, Vol. 367, Hal. 34-39.
- Mintova, S., Valtchev, V., Vultcheva, E., dan Veleva, S. (1992), "Crystallization kinetics of zeolite ZSM-5", *Zeolites*, Vol. 12, Hal. 210-215.
- Molina, A. dan Poole, C. (2004), "A Comparative Study Using Two Methods to Produce Zeolites from Fly Ash", *Minerals Engineering*, Vol. 17, Hal. 167-173.
- Mostafa, A., Yousef, H., Sorour, M., Tewfik, S., dan Shalaan, H. (2011), "Utilization of Egyptian kaolin for Zeolite-A Preparation and Performance Evaluation", *IPCBEE*, Vol. 6, Hal. 43-48.
- Mostafa, M. M., Rao, N. K., Harun, H. S., Basahel, S. N., dan El-Maksod, I. H. (2013), "Synthesis and Characterization of Partially Crystalline Nanosized ZSM-5 Zeolites", *Ceramics International*, Vol. 39, Hal. 683-689.
- Mousavi, S. F., Jafari, M., Kazemimoghdam, M., dan Mohammadi, T. (2013), "Template Free Crystallization of Zeolite Rho Via Hydrothermal Synthesis: Effects of Synthesis Time, Synthesis Temperature, Water Content and Alkalinity", *Ceramics International*, Vol. 39, Hal. 7149-7158.
- Mravec, D., Streštková, E., Ilavský, J., Hrabě, Z., dan Majling, J. (1987), "Preparation of Synthesis zeolite ZSM-5", *Chem. Papers*, Vol. 41, No. 3, Hal. 335-341.
- Murray, H. (2007), *Applied Clay Mineralogy Occurrences, Processing and Application of Kaolins, Bentonites,*

Palygorskite-Sepiolite, and Common Clays. Developments in Clay Sciences, 2, Elsevier, Amsterdam.

Pan, F., Lu, X., Wang, Y., Chen, S., Wang, T., dan Yan, Y. (2014a), "Organic Template-Free Synthesis of ZSM-5 Zeolite From Coal-Series Kaolinite", *Material Letters*, Vol. 115, Hal. 5-8.

Pan, F., Lu, X., Wang, Y., Chen, S., Wang, T., dan Yan, Y. (2014b), "Synthesis and Crystallization Kinetics of ZSM-5 Without Organic Template From Coal-Series Kaolinite", *Microporous and Mesoporous Materials*, Vol. 184, Hal. 134-140.

Panpa, W. dan Jinawath, S. (2009), "Synthesis of ZSM-5 Zeolite and Silicalite From Rice Husk Ash", *Applied Catalysis B: Environmental*, Vol. 90, Hal. 389-394.

Perego, C. dan Villa, P. (1997), "Catalyst Preparation Methods", *Catalysis Today*, Vol. 34, Hal. 281-305.

Pirutko, L., Uriarte, A., Chernyavsky, V., Kharitonov, A., dan Panov, G. (2001), "Preparation and Catalytic Study of Metal Modified TS-1 In The Oxidation of Benzene To Phenol By N_2O ", *Microporous Mesoporous Material*, Vol. 48, Hal. 345-353.

Prasad, M. S., Reid, K. J., dan Murray, H. H. (1991), "Kaolin: processing, properties and applications", *Applied Clay Science*, Vol. 6, Hal. 87-119.

Prasetyoko, D., Ayunanda, N., Fansuri, H., Hartanto, D., dan Ramli, Z. (2012), "Phase Transformation of Rice Husk Ash in the Synthesis of ZSM-5 without Organic Template", *ITB Journal Science*, Vol. 44, Hal. 250-262.

Rustam. (2013), *Direct Synthesis of ZSM-5 From Kaolin is The Presence of TPABr And TPAOH as Organic Template*. Tesis, Institut Teknologi Sepuluh Nopember Surabaya.

Saceda, J.-J. F., de Leon, R. L., Rintramee, K., Prayoonpokarach, S., dan Wittayakun, J. (2011), "Properties of Silica From Rice Husk and Rice Husk Ash and Their Utilization For Zeolite Y Synthesis", *Quimica Nova*, Vol.34, No.8.

- Saputra, R. (2006), *Pemanfaatan zeolit Sintesis Sebagai Alternatif Pengolahan Limbah Industri*, Paper, Universitas Gajah Mada, Yogyakarta.
- Shirazi, L., Jamshidi, E., dan Ghasemi, M. R. (2008), "The Effect of Si/Al Ratio of ZSM-5 Zeolite on Its Morphology, Acidity and Crystal Size". *Research Technology*, Vol. 43, No. 12, Hal. 1300-1306.
- Sibilia, P. (1996), *Guide to Material Characterization and Chemical Analysis*, 2nd Edition. John Willey-VCH, New York.
- Silva, V. J., Rodrigues, J. J., Soares, R. R., Napolitano, M. N., dan Rodrigues, M. G. (2013), "Cobalt Supported on ZSM-5 Zeolit Using Kaolin As Silicon and Aluminium Sources For Fischer-Tropsch Synthesis". *Brazilian Journal Of Petroleum And Gas*, Vol. 7, No. 2, Hal. 083-094.
- Skoog, D. dan West, D. (1980), *Principles of Instrumental Analysis*. Sounders College, Philadelphia.
- Smith, J. (1984), "Zeolite", *Chicago*, Vol. 4, Hal. 309.
- Suib, S. (1993), "ChemInform: Zeolitic and Layered Materials", *Chem. Rev.*, Vol. 93, Hal. 803.
- Sutarti, M. dan Rachmawati, M. (1994), *Zeolit: Tinjauan Literatur*, Pusat Dokumentasi dan Informasi LIPI, Jakarta.
- Treacy, M., & Higgins, J. (2001), *Collection of Simulated XRD Powder Patterns for Zeolites*, Elsevier, Amsterdam.
- Tuan, h. T., bae, I.-K., Jang, Y.-N., Chae, S.-C., Chae, Y.-B., dan Suhr, D.-S. (2010), "Hydrothermal Synthesis of ZSM-5 Zeolite Using Siliceous Mudstone". *Journal of Ceramic Processing Research*, Vol. 11 No. 2, Hal. 204-208.
- Varga, G. (2007). The structure of kaolinite and metakaolinite. *Építőanyag*, Vol. 59.
- Vasely, D., Kalendova, A., dan Manso, M. V. (2012), "Properties of Calcined Kaolins in Anticorrosion Paints Depending on PVC, Chemical Composition and Shape Of Particles". *Progress in Organics Coatings*, Vol. 74, Hal. 82-91.

- Wang, P., Shen, B., dan Gao, J. (2007a), "Synthesis of ZSM-5 Zeolite From Expanded Perlite and Its Catalytic Performance in FCC Gasoline Aromatization", *Catalysis Today*, Vol. 125, Hal. 155-162.
- Wang, P., Shen, B., Shen, D., Peng, T., dan Gao, J. (2007b), "Synthesis of ZSM-5 Zeolite From Expanded Perlite/Kaolin and Its Catalytic Performance For FCC Naphtha Aromatization", *Catalysis Communications*, Vol. 8, Hal. 1452-1456.
- Weitkamp, J. (2000), "Zeolites and Catalysis", *Solid State Ionics*, Vol. 131, Hal. 175-188.
- Weitkamp, J. dan Puppe, L. (1999), *Catalysis and Zeolites Fundamentals Application*, Germany.
- Yang, J., Yu, S., Hu, H., Zhang, Y., Lu, J., Wang, J., dkk. (2011), "Synthesis of ZSM-5 Hierarchical Microsphere-Like Particle by Two Stage Varying Temperature Crystallization Without Secondary Template". *Chemical Engineering Journal*, Vol. 166, Hal. 1089.

BIODATA PENULIS



Penulis dilahirkan di Surabaya, 17 Maret 1993 dengan nama lengkap Indar Wulan Safitri. Pendidikan formal yang telah ditempuh oleh penulis, yaitu di SDI KH. ABU. Mansyur, SMPN 28 Surabaya, dan SMAN 13 Surabaya. Setelah lulus dari SMA Negeri 13 Surabaya, penulis mengikuti tes SNMPTN dan diterima di jurusan Kimia ITS Surabaya pada tahun 2011 dan terdaftar dengan NRP. 1411 100 083. Di Jurusan Kimia ini, Penulis mengambil bidang minat Kimia Material dan Energi dibawah bimbingan Prof. Dr. Didik Prasetyoko, M.Sc. Penulis pernah aktif dalam organisasi Himpunan Mahasiswa Kimia (HIMKA) sebagai staff Departemen Pengembangan Sumber Daya Mahasiswa bidang kaderisasi (2012-2013) dan Sekretaris Umum Himpunan Mahasiswa Kimia (2013-2014). Latihan Keterampilan Manajemen Mahasiswa (LKMM) yang pernah diikuti penulis selama kuliah di ITS adalah Pra-Tingkat Dasar (Pra-TD), Tingkat Dasar (TD) dan Pelatihan Pemandu LKMM. Penulis dapat dihubungi melalui email indar.wulan17@gmail.com.

“Halaman ini sengaja dikosongkan”

